



SKRIPSI

**PENGARUH PENAMBAHAN Na_2O PADA
FEEDSTOCK GEL DAN VARIASI WAKTU
HIDROTHERMAL TERHADAP SINTESIS ZEOLIT X
DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA
LANGSUNG**

LELI ENDAH SAFITRI
NRP 1413 100 054

Pembimbing
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017



SCIRPT

EFFECT OF THE ADDITION Na_2O IN THE *FEEDSTOCK GEL* AND VARIATION OF HYDROTHERMAL TIME ON SYNTHESIS OF ZEOLITE X DIRECTLY FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG

LELI ENDAH SAFITRI
NRP 1413 100 054

Supervisor
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017

**PENGARUH PENAMBAHAN Na_2O PADA *FEEDSTOCK*
GEL DAN VARIASI WAKTU HIDROTERMAL
TERHADAP SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN
BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Program Studi S-1 Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:
LELI ENDAH SAFITRI
NRP. 1413 100 054

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH PENAMBAHAN Na_2O PADA *FEEDSTOCK*
GEL DAN VARIASI WAKTU HIDROTHERMAL
TERHADAP SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN
BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG**

SKRIPSI

Disusun Oleh :

LELI ENDAH SAFITRI

NRP. 1413 100 054

Surabaya, 26 Januari 2017

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002

PENGARUH PENAMBAHAN Na_2O PADA *FEEDSTOCK GEL* DAN VARIASI WAKTU HIDROTERMAL TERHADAP SINTESIS ZEOLIT X DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG

Nama : Leli Endah Safitri
NRP : 1413100054
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu hidrotermal dan penambahan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada *feedstock gel* terhadap sintesis zeolit X dari kaolin secara langsung (tanpa metakaolinisasi). Zeolit X disintesis melalui tiga tahap, pembuatan *seed gel*, *feedstock gel* dan *overall gel* yang diikuti dengan proses hidrotermal. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). Hasil karakterisasi dengan XRD dan FTIR menunjukkan bahwa fase zeolit X akan muncul pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang lebih besar pada waktu hidrotermal 4-12 jam. Namun, hasil yang diperoleh masih terdapat fase lain dalam kristal, yaitu zeolit P. Zeolit X dapat disintesis dengan metode hidrotermal pada suhu 105 °C selama 4, 6, dan 12 jam.

Kata kunci: kaolin, zeolit P, zeolit X, waktu hidrotermal, mol Na_2O

EFFECT OF THE ADDITION Na_2O IN THE *FEEDSTOCK GEL* AND VARIATION OF HYDROTHERMAL TIME ON SYNTHESIS OF ZEOLITE X DIRECTLY FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG

Name : Leli Endah Safitri
NRP : 1413100054
Departement : Kimia FMIPA-ITS
Supervisor : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstract

The purpose of this research was to study the effect of hydrothermal time and the addition mol ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ in *feedstock gel* on synthesis of zeolite X directly from kaolin Bangka Belitung (without metakaolination). Zeolite X was synthesized through three stages, namely compounding *seed gel*, compounding *feedstock gel* and making *overall gel* followed by hydrothermal process. The solid product were characterized using FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), and *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). The result of characterized using XRD and FTIR show if zeolite X phase formed when the amount of mole Na_2O increases for 4-12 hours. There were some impurity on the synthesized zeolite X like zeolite P. Zeolite X could synthesis with hydrothermal methode in 105 °C for 4, 6, and 12 hours.

keyword: kaolin, zeolit P, zeolit X, hydrothermal time, mole Na_2O

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul “**Pengaruh Penambahan Na_2O pada *Feedstock Gel* dan Variasi Waktu Hidrotermal Terhadap Sintesis Zeolit X Dari Kaolin Bangka Belitung Secara Langsung**”. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terimakasih sebesar- besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Ketua Jurusan Kimia dan dosen pembimbing atas fasilitas yang telah diberikan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si, selaku kepala laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
3. Kedua orang tua dan keluarga besar saya yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
4. Sahabat- sahabat yang selalu memberikan semangat selama pengerjaan tugas akhir ini Putri, Faiza, Iza, Nisa', dan Hanif.
5. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 2013 beserta rekan-rekan seperjuangan di Laboratorium KME atas semua bantuan, semangat, dan doanya.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 26 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	iv
Abstrak	v
Abstract	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Batasan Penelitian	5
1.4 Tujuan Penelitian	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II	7
TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Zeolit	7
2.2 Struktur Zeolit	8
2.3 Sintesis Zeolit	11
2.4 Zeolit X	12
2.4.1 Pengertian Zeolit X	12
2.4.2 Sintesis Zeolit X	13
2.5 Pengaruh NaOH	15
2.6 Kaolin	15
2.7 Metode Hidrotermal	18
2.8 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	19
2.9 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	21
2.10 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	24

BAB III	27
METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Alat dan Bahan	27
3.1.1 Alat	27
3.1.2 Bahan.....	27
3.2 Prosedur Kerja.....	27
3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis	29
3.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	29
3.3.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	30
3.3.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray</i> (SEM-EDX)	30
BAB IV	31
HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Karakterisasi Kaolin Bangka Belitung	31
4.2 Zeolit X variasi Rasio Mol Na ₂ O dan Waktu Hirotermal	34
4.2.1 Sintesis Zeolit X variasi Rasio Mol Na ₂ O dan Waktu Hidrotermal	34
4.2.2 Karakterisasi Hasil Sintesis	37
4.2.3 Karakterisasi menggunakan SEM-EDX.....	50
BAB V.....	53
KESIMPULAN DAN SARAN	53
5.1 Kesimpulan.....	53
5.2 Saran.....	54
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN.....	65
Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit X	65
Lampiran B : Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y	67
Lampiran C : Data Karakterisasi	73
BIODATA PENULIS	95

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kerangka yang Tersusun dari Unit-Unit Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang Saling Dihubungkan dengan Atom Oksigen	7
Gambar 2.2	Unit Bangun Sekunder Zeolit	9
Gambar 2.3	Unit Bangun Tersier Zeolit	11
Gambar 2.4	Struktur Zeolit X	13
Gambar 2.5	Struktur Kaolin	17
Gambar 2.6	Skema Kerja FTIR	20
Gambar 2.7	Spektra Inframerah Zeolit X	21
Gambar 2.8	Sudut Difraksi sinar X	22
Gambar 2.9	Difaktogram XRD Zeolit X	23
Gambar 2.10	Skema Komponen Difraktometer	24
Gambar 2.11	Skema Kerja SEM	25
Gambar 2.12	Foto SEM Zeolit X komersial	26
Gambar 4.1	Spektra Inframerah Kaolin Bangka Belitung	32
Gambar 4.2	Difaktogram Kaolin Bangka Belitung	33
Gambar 4.3	Spektra Inframerah Hasil Sintesis	38
Gambar 4.4	Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal	42
Gambar 4.5	Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal	44
Gambar 4.6	Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal	45
Gambar 4.7	Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 4 jam	47
Gambar 4.8	Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 6 jam	48

Gambar 4.9	Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 12 jam	49
Gambar 4.10	Mikrograf SEM sampel hasil sintesis variasi variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal= 6 jam	50
Gambar 4.11	Persebaran Unsur Pada permukaan kristal	52

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Contoh Unit Bangun Sekunder Zeolit	10
Tabel 2.2	Komposisi Kaolin	16
Tabel 4.1	Komposisi Kaolin Bangka Belitung	34
Tabel 4.2	Vibrasi pada Zeolit X Standar dibandingkan dengan hasil sintesis	39
Tabel 4.3	Komposisi Penyusun Kristal	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Skema Kerja Sintesis Zeolit X	65
Lampiran B	Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit X	67
Lampiran C	Data Karakterisasi	73

*Karya ini kupersembahkan untuk
Ayah dan Ibu tercinta
Adekku Muhammad Yusuf Prasetyo
Teman-teman HJMA 2015/2016 dan
Teman-teman Kimia angkatan 2013 (Anorthite)*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit pertama kali dikenalkan sebagai kelompok suatu mineral oleh mineralogis asal Swedia, Baron Axel Cronstedt pada tahun 1756. Zeolit merupakan kristal aluminosilikat dengan struktur kerangka tiga dimensi yang mempunyai struktur tetrahedral TO_4 ($T = Si, Al, P$, dan lain-lain) . Pada tahun 1940, Barrer dan Milton memperkenalkan zeolit sintesis untuk yang pertama kali. Hal ini menjadi langkah pertama para ilmuwan untuk melakukan penelitian lebih lanjut tentang zeolit sintesis. Sampai Juni 2013, telah diketahui 206 jenis zeolit yang telah diidentifikasi oleh *International Zeolite Association* (IZA) (Liu, 2016). Kerangka zeolit tersusun dari tetrahedral $[SiO_4]^{4-}$ dan $[AlO_4]^{5-}$ yang mana kerangka ini akan membentuk struktur terbuka yang berbeda dan mengandung kation yang terletak pada posisi spesifik pada kerangka zeolit (Gougazeh dkk., 2013). Kerangka zeolit ini mengandung kation yang berfungsi untuk menyumbangkan muatan positif yang akan menggantikan muatan negatif pada kerangka zeolit (Bekum dkk., 1991). Ion negatif ini biasanya berupa ion logam dari golongan alkali atau alkali tanah (Manadee, 2012).

Zeolit mempunyai kemampuan untuk menyerap senyawa polar sehingga zeolit dianggap sebagai bahan yang baik untuk pemisahan dan pemurnian gas (Ackley, 2002). Hal inilah yang membuat zeolit disebut sebagai adsorben. Selain itu, zeolit digunakan sebagai katalis (Corma, 1997; Dornath dkk., 2014), penukar ion dalam proses pengolahan dan pemurnian limbah (Costa dkk., 1988), dan dapat diaplikasikan pada bidang lainnya,

seperti kontrol polusi, manajemen limbah radioaktif, pemurnian gas, pertanian, penyaring molekul dan penyerap debu (Wang dkk., 2014).

Saat ini terdapat banyak jenis zeolit, baik zeolit alam maupun zeolit sintesis. Zeolit alam yang terbentuk secara alami misalnya analsim, kabasite, klinoptilolit, erionit, mordenit dan phillipsit dan zeolit sintesis secara komersial yang dapat disintesis dalam skala besar misalnya zeolit A, X, Y dan ZSM-5 (Dutta dkk, 2013). Namun, zeolit sintetis lebih diminati dan lebih banyak digunakan dalam industri dan kehidupan sehari-hari dibandingkan zeolit alam. Hal ini dikarenakan tingkat kemurnian kristal dan keseragaman ukuran partikel dari zeolit sintetis lebih baik dari pada zeolit alam (Breck, 1974; Szoztak, 1998).

Metode Sintesis zeolit yang sering digunakan adalah metode penguapan, metode gelombang mikro, dan hidrotermal. Namun, metode hidrotermal paling sering digunakan dibandingkan metode yang lainnya. Barrer dan Milton pada tahun 1940-an mengembangkan metode sintesis hidrotermal menggunakan logam alkali- aluminosilikat dalam bentuk gel pada suhu rendah ($\sim 100^{\circ}\text{C}$) dan tekanan rendah (Ozdemir dkk., 2013). Pada 1958, di bawah kepemimpinan Milton, Divisi Linde dari Union Carbide telah berhasil mensintesis hampir semua zeolit komersial seperti faujasit (zeolit X dan zeolit Y) (Byrappa, 2008).

Pada metode hidrotermal, zeolit dapat disintesis dalam medium alkali dengan sumber silika dan alumina yang berbeda, misalnya Aluminium Hidroksida dan Natrium Aluminosilikat. Namun, sintesis zeolit dari bahan tersebut sangatlah mahal dan jumlahnya terbatas (Wang dkk., 2014). Oleh karena itu, digunakan bahan baku yang lebih murah seperti tanah liat (Auer, 1993), *oilshale* (Machado, 2005), kaolin (Rios, 2009), limbah padat kota (Fan dkk, 2007; Rayalu dkk, 2000; Kuceba dkk, 2005; Shih dkk,

1998; Adamczyk dkk, 2005), dan abu batubara (Rayalu dkk, 2000) sebagai bahan awal untuk sintesis zeolit karena bahan-bahan tersebut banyak mengandung silika dan alumina.

Salah satu bahan baku sintesis zeolit yang sering digunakan adalah kaolin. Di Indonesia, kelimpahan kaolin terbilang cukup banyak terutama di Bangka Belitung (Murray, 2007). Kementerian ESDM (2012) memperkirakan produksi kaolin di Indonesia mencapai 1.068.377.264 ton. Kaolin banyak dimanfaatkan dalam bidang industri keramik sebagai bahan baku pembuatan keramik, sebagai bahan pengisi pulp dalam industri kertas, dan juga digunakan dalam industri karet, tinta, dan cat (Murray, 2007).

Kaolin merupakan mineral alumina-silikat dengan struktur kristal yang terdiri dari lapisan yang terikat lemah. Kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 yang cukup tinggi dalam kaolin, yaitu sebesar 53,86% dan 32,45% menyebabkan kaolin dapat digunakan sebagai sumber Si dan Al untuk sintesis zeolit (Gougazeh, 2013). Kaolin pernah digunakan untuk sintesis zeolit LTA dengan metode aktivasi alkali hidrotermal konvensional dan fusi alkali sebelum reaksi hidrotermal (Ríos, dkk., 2009). Terdapat beberapa zeolit yang telah disintesis dari kaolin, yaitu zeolit dengan silika rendah ($\text{Si}/\text{Al} < 5$) seperti NaX, silika tinggi ($\text{Si}/\text{Al} > 5$), seperti NaY ZSM-5 dan ZSM-35 (Feng dkk., 2009; Zhu dkk., 2009).

Beberapa penelitian sebelumnya telah dilaporkan oleh beberapa peneliti yang menggunakan kaolin sebagai sumber Si dan Al untuk sintesis zeolit linde tipe A (Alkan dkk, 2005; Chandrasekhar dkk, 2008; Gougazeh dkk, 2013), X (Akolekar dkk, 1997; Chandrasekhar dkk, 1999), 4A (Costa dkk, 1988), NaA (Loiola dkk, 2012), dan sodalit (Buhl dkk, 1996 dan Gualtieri dkk, 1997)

Zeolit X dan Y, keduanya merupakan zeolit tipe *faujasite*. Perbedaan dari keduanya adalah rasio Si/Al yang terkandung

dalam zeolit tersebut (Lestari, 2010). Zeolit X memiliki struktur primer tetrahedron dan dikelilingi oleh sangkar atau *cage* yang berongga (Ozdemir dkk., 2013). Struktur zeolit terbentuk dengan 12 cincin dengan diameter sekitar 7.4 Å dengan rongga dalam berdiameter 12 Å yang dikelilingi oleh 10 sangkar sodalit, menyebabkan zeolit X memiliki bentuk kubus dengan panjang per unit selnya sekitar 24.7Å (Htun dkk., 2012). Zeolit X memiliki struktur berpori dengan diameter pori sebesar 3 – 8 Å (Hardie dkk., 2005). Zeolit X sangat cocok diaplikasi untuk bidang teknologi dan lingkungan. Pori- pori yang lebar membuatnya berguna untuk pemurnian dan pemisahan gas dan komponen organik, selain itu zeolit X memiliki kapasitas tukar ion yang tinggi memungkinkan untuk adsorpsi kation dengan ukuran yang besar (Ozdemir dkk., 2013)

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, sintesis zeolit X dari kaolin dilakukan dengan metode hidrotermal (Chandrasekhar dkk., 1999). Menurut Chandrasekhar dkk (1999) sebelum digunakan untuk sintesis zeolit, kaolin harus dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 900°C untuk mendapatkan fase kaolin yang reaktif dan fase metakaolin. Namun, kalsinasi dengan suhu tinggi menimbulkan dampak negatif yaitu bertambahnya biaya sintesis dan konsumsi bahan bakar fosil yang cukup besar (Rios dkk., 2009). Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian sintesis zeolit X dari kaolin secara langsung (tanpa kalsinasi).

Beberapa faktor yang memengaruhi dalam sintesis zeolit X adalah pengaruh rasio molar Si/Al, waktu hidrotermal, dan mol Na₂O. Bosch dkk (1983) telah berhasil melakukan sintesis zeolit X dari kaolin yang dikalsinasi. Hasil sintesis zeolit X yang optimum didapatkan dari rasio Si/Al = 2,93 dengan waktu hidrotermal 24 jam. Chandrasekhar dkk (1999) juga melakukan sintesis zeolit X dari kaolin, hasil sintesis yang optimum didapatkan saat rasio mol

Si/Al = 3, dengan waktu hidrotermal selama 15 jam. Penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Cahyo dkk (2016), yaitu melalui pembuatan gel, nukleasi dan proses kristalisasi di mana proses pembuatan gel terdiri dari 3 tahap awal yaitu pembuatan *seed gel*, *feedstock gel* dan *overall gel* dengan komposisi *seed gel*= 10,67Na₂O: 4SiO₂: 1Al₂O₃: 180H₂O dan *feedstock gel*= 4,3Na₂O: 4SiO₂: 1Al₂O₃: 180H₂O waktu dan suhu hidrotermal berturut-turut adalah 12 jam dan 105 °C menghasilkan zeolit X. Berdasarkan penjelasan di atas, penulis akan melakukan sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung (tanpa kalsinasi) menggunakan metode yang dilakukan oleh Cahyo dkk (2016) dengan variasi rasio mol SiO₂/Al₂O₃ = 4, rasio mol Na₂O/Al₂O₃ (*feedstock gel*)= 2,3; 3,3; dan 4,3 mol ,dan waktu hidrotermal= 4, 6, dan 12 jam untuk mengetahui pengaruh pada intensitas zeolit X yang dihasilkan.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan dalam penelitian ini adalah bagaimana sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung (tanpa kalsinasi), sedangkan sintesis zeolit X sangat dipengaruhi oleh waktu hidrotermal dan rasio mol Na₂O/Al₂O₃ dari bahan baku. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian terhadap pengaruh waktu hidrotermal dan rasio mol Na₂O/Al₂O₃ terhadap sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

1.3 Batasan Penelitian

Batasan dalam penelitian ini adalah:

1. Sintesis zeolit X menggunakan kaolin Bangka Belitung sebagai sumber silika dan alumina, NaAlO₂ sebagai sumber alumina, ludox sebagai sumber silika, NaOH sebagai sumber Na₂O, aquademineralisasi sebagai sumber H₂O.

2. Sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung dengan komposisi mol pada *seed gel* adalah $10,67\text{Na}_2\text{O}:4\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dan pada *feedstock gel* adalah $x\text{Na}_2\text{O}:4\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi komposisi mol Na_2O (x)= 2,3; 3,3; dan 4,3 dengan waktu hidrotermal selama 4, 6, dan 12 jam.
3. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu hidrotermal dan rasio Na_2O terhadap sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan rujukan mengenai pengaruh waktu hidrotermal dan rasio Na_2O terhadap sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

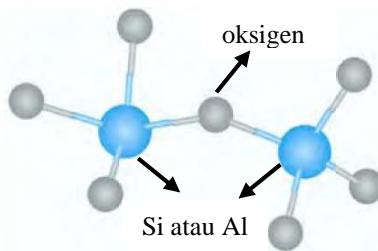
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Nama zeolit telah dikenal lebih dari 200 tahun yang lalu. Sampai tahun 1950 ilmuwan telah menemukan komposisi dari zeolit tersebut. Sejak saat itu, telah banyak diterbitkan mengenai zeolit (Ouki dkk, 1993). Zeolit merupakan mineral hasil tambang yang bersifat lunak. Warna dari zeolit adalah putih keabu-abuan, putih kekuningan, atau putih kehijauan (Muttaqien dkk, 2011).

Zeolit merupakan kristal berpori aluminosilikat terhidrasi logam alkali atau alkali tanah. Kerangka zeolit terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Keduanya dihubungkan dengan atom-atom oksigen yang nantinya menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang akan diisi dengan ion-ion biasanya ion dari logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas seperti yang terlihat pada Gambar 2.1. Logam-logam tersebut bertindak sebagai kation yang akan mengisi rongga pada zeolit yang berfungsi sebagai penyeimbang muatan untuk menjaga kenetralan muatan zeolit (Moreno, 2001).



Gambar 2.1 Kerangka yang Tersusun dari Unit-Unit Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang Saling Dihubungkan dengan Atom Oksigen

(Georgiev, 2009)

Berdasarkan tipe strukturnya, ukuran pori dari zeolit kira-kira sebesar 0,3 – 1 nm (Rios dkk, 2008). Dengan adanya pori-pori tersebut, zeolit mampu memisahkan/ menyaring molekul dengan ukuran tertentu sehingga zeolit disebut dengan *molecular sieve/ molecular mesh* (Muttaqien dkk, 2011).

Zeolit mempunyai muatan negatif pada kerangkanya yang tergantung pada rasio Si/Al. Muatan negatif tersebut dinetralkan oleh kation-kation seperti K^+ , Na^+ , dan Mg^{2+} yang berada pada rongga zeolit (Manadee dkk, 2012). Rumus umum dari zeolit adalah $M_a^{n+}(Si_xAl_yO_{2z}).mH_2O$. di mana M^{n+} merupakan kation logam dengan muatan n yang mampu menetralkan muatan negatif kerangka tertrahedral zeolit, $(Si_xAl_yO_{2z})$ adalah kerangka zeolit yang bermuatan negatif, dan mH_2O adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit (Wittayakun dkk, 2007).

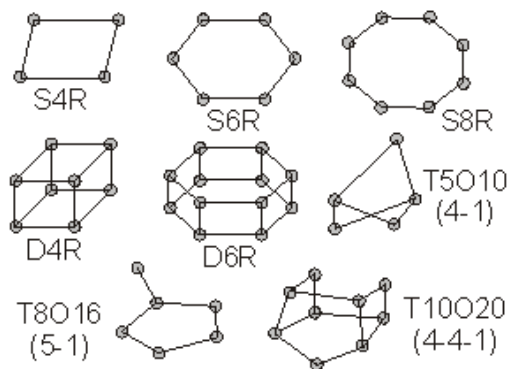
Zeolit dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, misalnya dalam bidang industri. Dalam bidang ini, zeolit dimanfaatkan sebagai penukar ion, bahan pengisi pada detergen, katalis, dan adsorben. Selain itu, dalam bidang teknologi pengolahan lingkungan, zeolit dimanfaatkan sebagai adsorben (Ackley dkk, 2002).

2.2 Struktur Zeolit

Struktur zeolit memiliki unit bangun primer (*primary building unit*), unit bangun sekunder (*secondary building units*), dan unit bangun tersier (*teritary building unit*). Unit bangun primer pada zeolit adalah di mana atom Si dan Al dalam bentuk tetrahedral. Sedangkan unit bangun sekunder (UBS) pada zeolit adalah susunan geometrik dari beberapa tetrahedral pada zeolit. Zeolit hanya dapat diidentifikasi berdasarkan Unit Bangun Sekunder.

Unit bangun primer terdiri dari 4 atom oksigen yang mengelilingi satu atom pusat yang berupa Si atau Al. Unit bangun

primer ini akan membentuk struktur tetrahedral seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Unit bangun sekunder terbentuk dari unit bangun primer, yaitu bergabungnya dua atau lebih cincin terahedral yang akan membentuk struktur tiga dimensi. Cincin yang terbentuk dapat berupa cincin tunggal maupun cincin ganda. Apabila bergabung, unit bangun sekunder ini akan menghasilkan struktur kristal zeolit. Struktur kristal zeolit ini nantinya akan membentuk berbagai kerangka zeolit yang memiliki pori-pori dengan ukuran yang bervariasi. Zeolit hanya dapat diidentifikasi berdasarkan unit bangun sekundernya. Data pada Tabel 2.1 merupakan contoh dari unit bangun sekunder dan pada Gambar 2.2 merupakan gambar dari unit bangun sekunder.



Gambar 2.2 Unit Bangun Sekunder Zeolit

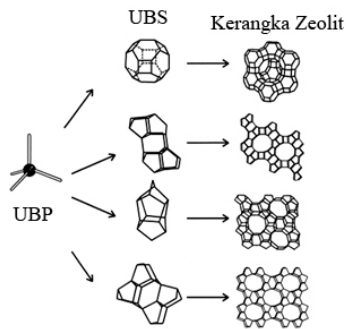
(Gorgieve, 2009)

Tabel 2.1 Contoh Unit Bangun Sekunder Zeolit

No.	Jumlah tetrahedral yang bergabung	Pembentuk Unit Bangun Sekunder	Jenis UBS
1	4	4 cincin oksigen	S4R
2	5	5 cincin oksigen	S5R
3	6	6 cincin oksigen	S6R
4	8	8 cincin oksigen	S8R
5	8	4-4 cincin oksigen	D4R
6	12	6-6 cincin oksigen	D6R
7	16	8-8 cincin oksigen	D8R

Keterangan: (S= *single* , D= *double* , R= *ring*)

Unit bangun tersier merupakan gabungan dari unit bangun sekunder yang akan membentuk struktur tiga dimensi dan dari gabungan tersebut akan didapatkan struktur yang berbeda- beda. Unit bangun tersier merupakan suatu polihedral besar yang simetris dan tersusun dari tetrahedral- tetrahedral. Unit bangun tersier inilah yang nantinya membentuk kerangka zeolit. Gambar 2.3 menunjukkan unit bangun tersier pada suatu zeolit.



Gambar 2.3 Unit Bangun Tersier Zeolit

2.3 Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit sudah banyak dilakukan sampai saat ini. Pada tahun 1862, St Claire Deville mensintesis zeolit dengan metode hidrotermal pertama *levynite* (LEV). Selain itu sintesis *analcime* (ANA) juga dilaporkan pada tahun 1882 oleh Schulten. Pada akhir tahun 1940, Milton dan rekannya dapat mensintesis zeolit A (LTA), X (FAU), dan P (GIS) dengan cara kristalisasi hidrotermal dari gel aluminosilikat. Logam alkali reaktif pada suhu 1000 °C dan tekanan (autogenus) di bawah kondisi alkali tanah (pH biasanya diatas 12). Tercatat pada tahun 1948, telah disintesis zeolit pertama dengan bahan sintesis yang dilaporkan sukses beberapa tahun berikutnya. Penelitian pertama kali dilakukan pada konversi fasa mineral dalam larutan garam kuat pada suhu tinggi (sekitar 170-2700 °C) (Barrer, 1982).

Sintesis zeolit dapat dilakukan melalui proses hidrotermal. Secara umum, zeolit disintesis dengan mencampurkan logam alkali, Aluminium Hidroksida, dan sol silika. Selain itu zeolit bisa juga disintesis dengan mencampurkan logam alkali, larutan aluminat, dan sol silika. Silika dan aluminat dijadikan gel terlebih dahulu dengan metode sol- gel, tetapi gel harus dipanaskan terlebih

dahulu pada suhu 373K. Pada kondisi ini, fase kristalin dari alumino-silikat akan muncul. Sebagai contoh, sintesis dari zeolit A ($\text{Na}_{12}[\text{AlO}_2]_{12}(\text{SiO}_2)_{12} \cdot 27\text{H}_2\text{O}$) dibuat dengan melarutkan $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ alumina terhidrat ke dalam larutan Natrium Hidroksida. Kemudian, campuran yang terbentuk dicampurkan dengan larutan natrium metasilikat, $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan akan terbentuk gel berwarna putih. Gel tersebut diletakkan pada *autoclave* dipanaskan sampai suhu 363K selama 6 jam. setelah itu akan terbentuk zeolit A (Moore, 1993).

Pemberian nama pada zeolit hasil sintesis diambil dari nama penemunya, misalkan zeolit Linde tipe F, zeolit Linde tipe A, dan sebagainya. Proses pembentukan zeolit dapat menggunakan metode hidrotermal dengan bahan utamanya adalah alumina silikat (gel) dan berbagai logam sebagai kation. Sifat fisik dari reaktan, jenis kation, komposisi gel, serta kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur zeolit yang dihasilkan (Breck, 1987).

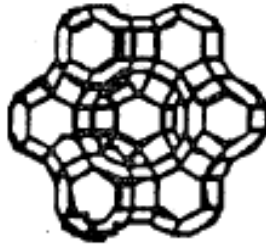
2.4 Zeolit X

2.4.1 Pengertian Zeolit X

Zeolit X merupakan zeolit tipe *faujasite* dengan rasio Si/Al rendah (Lestari, 2010). Zeolit X memiliki struktur primer tetrahedron dan dikelilingi oleh sangkar atau *cage* yang berongga (Ozdemir dkk., 2013). Struktur zeolit terbentuk dengan 12 cincin dengan diameter sekitar 7.4 Å dengan rongga dalam berdiameter 12 Å yang dikelilingi oleh 10 sangkar sodalit, menyebabkan zeolit X memiliki bentuk kubus dengan panjang per unit selnya sekitar 24.7Å (Htun, dkk., 2012). Zeolit X memiliki struktur berpori dengan diameter pori sebesar 3 – 8 Å (Hardie, dkk., 2005).

Zeolit X termasuk ke dalam tipe *faujasite*. Zeolit X merupakan zeolit bersilika rendah yang memiliki perbandingan Si/Al 2-3. Selain itu, struktur zeolit X merupakan kristal mineral alumino-

silikat yang terbentuk dari koordinasi polihedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dengan sistem kerangka terbuka dengan rongga-rongga dan pori-porinya ditempati oleh kation dan molekul air. Setiap ion silikon mempunyai muatan +4 yang dinetralkan oleh 4 oksigen tetrahedral yang mengelilinginya, sehingga tetrahedral dari silika bermuatan netral. Tetrahedral alumina mempunyai muatan -1, karena ion aluminium yang bermuatan +3 berikatan dengan empat ion oksigen. Muatan negatif tersebut dinetralkan oleh kation penyeimbang yang terdapat di luar kerangka (Htun dkk, 2012).



Gambar 2.4 Struktur Zeolit X

(Win, 2004)

Zeolit X sangat cocok diaplikasi untuk bidang teknologi dan lingkungan. Pori- pori yang lebar membuatnya berguna untuk pemurnian dan pemisahan gas dan komponen organik, selain itu zeolit X memiliki kapasitas tukar ion yang tinggi memungkinkan untuk adsorpsi kation dengan ukuran yang besar (Ozdemir dkk., 2013).

2.4.2 Sintesis Zeolit X

Prinsip dasar sintesis zeolit X meliputi tahap pembentukan gel, proses hidrotermal dan kristalisasi zeolit. Proses pembentukan gel terjadi saat pencampuran larutan sumber alumina dan sumber silika dengan adanya alkali hidroksida atau basa organik (Georgiev

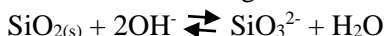
dkk., 2009 dan Yani dkk., 2013). Proses hidrotermal diikuti kristalisasi zeolit dengan naiknya suhu, tekanan konstan dan waktu tertentu. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk sintesis zeolit X seperti sintesis zeolit X dari abu layang ampas tebu (Purnomo dkk., 2000), sedangkan Zhang dkk. (2013) sintesis zeolit X dari natrium aluminat (NaAlO_2), natrium hidroksida (NaOH) dan natrium silikat (Na_2SiO_3).

Kondisi sintesis zeolit akan mempengaruhi pori yang terbentuk dalam kerangka zeolit. Pada saat tahap pembentukan gel, perbandingan molar Si/Al harus diperhatikan karena akan menentukan struktur dan komposisi zeolit. Penelitian sebelumnya untuk sintesis zeolit X menggunakan perbandingan Si/Al yaitu $\text{Si/Al} \leq 2$ (Payra dan Dutta, 2003). Bosch dkk (1983) telah berhasil melakukan sintesis zeolit X dari kaolin yang dikalsinasi. Hasil sintesis zeolit X yang optimum didapatkan pada rasio $\text{Si/Al} = 2,93$ dengan waktu hidrotermal 24 jam. Chandrasekhar dkk (1999) juga melakukan sintesis zeolit X dari kaolin, hasil sintesis yang optimum didapatkan saat rasio mol $\text{Si/Al} = 5$, dengan waktu hidrotermal selama 15 jam Selain perbandingan molar Si/Al , ada beberapa faktor lain yang mempengaruhi sintesis zeolit seperti saat pembentukan gel diusahakan $\text{pH} > 10$ atau berada dalam kondisi basa medium. Selain itu, suhu saat proses hidrotermal serta waktu yang dibutuhkan untuk kristalisasi zeolit juga akan mempengaruhi sintesis. Kristalisasi zeolit X dapat dilakukan pada suhu 90-110 °C (Zhang dkk., 2013).

Sintesis Zeolit X dapat dilakukan dengan mencampurkan larutan yang mengandung sumber silika dan alumina menggunakan metode hidrotermal (Georgiev dkk., 2009 dan Yani dkk., 2013). Zhang dkk. (2013) melakukan sintesis zeolit X dari natrium aluminat (NaAlO_2), natrium hidroksida (NaOH) dan natrium silikat (Na_2SiO_3).

2.5 Pengaruh NaOH

Pada sintesis zeolit, digunakan aqua DM yang bertindak sebagai pelarut. Namun, kapasitas air murni sebagai pelarut pada suhu tinggi terkadang tidak mampu untuk melarutkan zat dalam proses pengkristalan, oleh karena itu digunakan *mineralizer*. *Mineralizer* merupakan senyawa yang ditambahkan untuk mempercepat kristalisasi dengan cara meningkatkan kelarutannya, sehingga zat yang tidak dapat larut dalam air dengan ditambahkan *mineralizer* akan menjadi larut. *Mineralizer* yang sering digunakan adalah hidroksida dan oksida asam. Mineralizer untuk SiO_2 adalah NaOH, KOH, Na_2CO_3 , dan NaF, dengan reaksi sebagai berikut:



NaOH dalam campuran bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang larut dalam air, yang selanjutnya berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal. Kation Na^+ berperan penting dalam zeolitisasi karena katio Na^+ berfungsi sebagai penstabil unit-unit pembentuk *framework* zeolit di bawah kondisi hidrotermal. Semakin tinggi kandungan Natrium Hidroksida dalam campuran reaksi, makin tinggi produksi Natrium Silikat yang larut dalam air. Dengan bertambahnya pembentukan Natrium Silikat maka akan meningkatkan produk material zeolit yang dihasilkan (Jumaeri dkk, 2009).

2.6 Kaolin

Kaolin merupakan bahan tambang berwujud serbuk berwarna putih. Material ini digunakan sebagai keramik selama berabad-abad yang lalu. Unsur utama pada kaolin adalah air, aluminium, dan silikat dengan komposisi $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Secara struktur, kaolin mengandung oktahedral alumina dan tetrahedral silika dan mempunyai rumus secara teori $(\text{OH})_8\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}$ dan komposisi

secara teori mengandung 46,54% SiO_2 , 39,5% Al_2O_3 , dan 13,96% H_2O (Prasad dkk, 1991). Namun, kaolin juga mengandung beberapa komponen lain seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.4.

Data komposisi kimia pada kaolin Jordania (Gougazeh & Buhl, 2013)

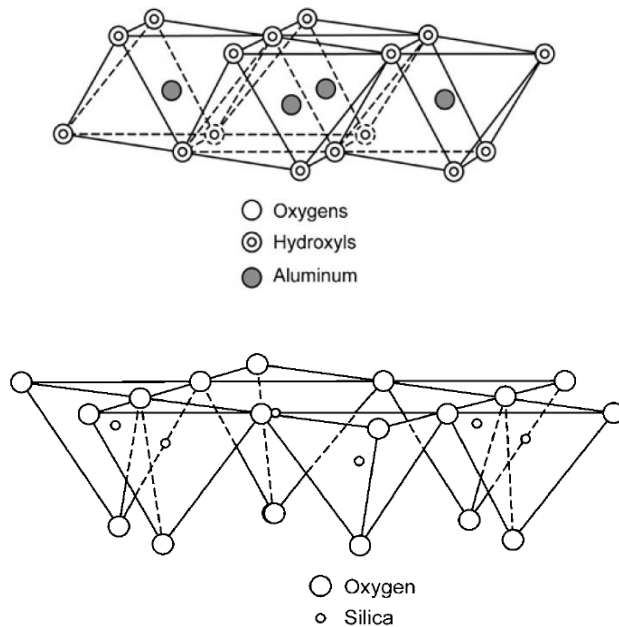
Tabel 2.2 Komposisi Kaolin

Komposisi Kimia	Prosentase (%)
SiO_2	53,86
Al_2O_3	32,45
Fe_2O_3	0,65
MnO	0,01
MgO	0,08
CaO	0,13
Na_2O	0,06
K_2O	0,54
P_2O_5	0,12

Di alam, kaolinit berasal dari dekomposisi feldspar. Sebagai bahan tambang, kaolin bercampur dengan oksida-oksida lainnya seperti kalsium oksida, magnesium oksida, kalium oksida, natrium oksida, besi oksida, dan lain-lain (Othmer, 1993). Kaolinit ($\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) merupakan komponen utama pada kaolin, berbentuk kecil, tipis, pseudoheksagonal, lapisan fleksibel dari kristal triklinik dengan diameter 0,2-12 μm , densitas 2,1-2,6 g/cm^3 . Kaolinit terbentuk dari dekomposisi feldspar, granit, dan alumina silikat.

Kaolin tersusun atas lapisan silikat dan lapisan aluminat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. Lapisan silikat berupa lembaran tetrahedral dari ikatan koordinasi antara kation Si^{4+}

dengan anion O^{2-} . Lapisan aluminat berupa lembaran oktahedral yang tersusun dari ikatan koordinasi antara kation Al^{3+} dengan anion OH^- . Kedua lapisan dihubungkan oleh oksigen yang berasal dari lapisan tetrahedral sehingga membentuk satuan mineral kaolinit. Antar mineral kaolinit dihubungkan oleh ikatan hidrogen antara OH dari lapisan oktahedral dengan O yang berasal dari lapisan tetrahedral (Adamis dkk, 2005).



Gambar 2.5 Struktur Kaolin

(Murray, 2007)

Kaolin memiliki muatan netral dengan luas permukaan 8-15 m^2/g dan memiliki bentuk kristalin yang baik. Selain itu, kaolin memiliki wujud serbuk yang halus dan non-abrasif (Murray, 2000). Umumnya kaolin memiliki ketahanan terhadap panas hingga suhu

1850 °C. Hal ini membuat kaolin cocok digunakan sebagai bahan baku keramik (Murray, 2000). Selain itu, kaolin juga digunakan sebagai pengisi (*filler*) dalam industri kertas. Adanya kandungan halosit dan smektit menyebabkan viskositas kaolin menjadi tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai pelapis kertas tanah liat (Murray, 2007).

Beberapa penelitian telah dilaporkan yaitu penggunaan kaolin sebagai bahan baku pembuatan zeolit (Chandrasekhar dkk, 1999; Cristobal dkk, 2010). Untuk meningkatkan reaktivitas dari kaolin, maka kaolin harus diubah sifat- sifatnya dengan perlakuan termal, mekanik maupun kimia. Perlakuan yang paling sering dilakukan adalah kalsinasi pada suhu lebih dari 550°C. Kalsinasi ini berguna untuk mengubah kaolin menjadi metakaolin dengan cara menghilangkan gugus fungsi berupa –OH dan penyusunan kembali Si- dan Al. Reaktivitas dari kaolin akan maksimal ketika kandungan Al nya rendah (Cristobal dkk., 2010).

2.7 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal pertama kali digunakan oleh ahli geologi asal Inggris, Sir Roderick Murchison, untuk melihat apa yang terjadi saat air diberi suhu dan tekanan tinggi yang berpengaruh pada perubahan di kerak bumi yang mengarah pada pembentukan berbagai batuan dan mineral (Byrappa dkk., 2013).

Pada sistem hidrotermal, air merupakan pelarut yang sangat penting dan digunakan sebagai *mineralizer*. Mineral yang dimasukkan (biasanya disebut dengan *nutrient*) ke dalam pelarut air akan mengalami reaksi, dan kristal akan tumbuh sesuai dengan gradien temperatur pada *autoclave* tersebut. Daerah yang lebih panas akan melarutkan *nutrient*, sedangkan daerah yang lebih dingin akan menjadi tempat tumbuhnya kristal.

Metode hidrotermal untuk pertumbuhan kristal banyak diaplikasikan dalam proses sintesis karena memiliki beberapa

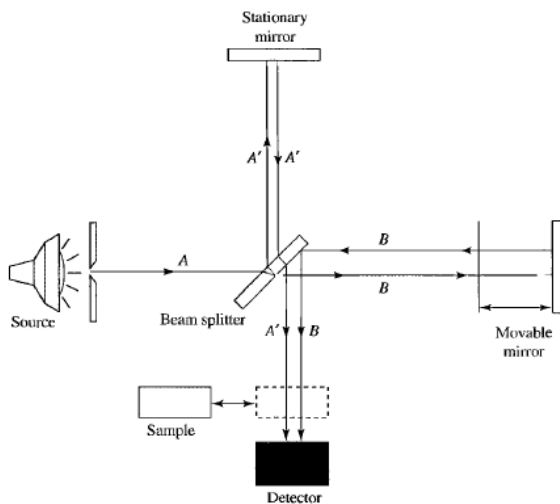
keunggulan. Kelebihan ini sangat penting untuk efisiensi dalam teknologi pengembangan kristal tunggal yang lebih besar dan lebih murni. Selain itu, teknik ini sedang digunakan dalam skala besar untuk mempersiapkan bahan piezoelektrik, magnetik, optik, keramik dan sejumlah bahan lainnya baik sebagai kristal tunggal ataupun bahan polikristalin (Byrappa, 2001).

Salah satu contoh penggunaan metode hidrotermal pada sintesis zeolit yang mengandung ion natrium meliputi pencampuran bahan-bahan sumber seperti natrium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) dan natrium aluminat $[\text{NaAl}(\text{OH})_4]$ dalam medium dasar dengan pengadukan untuk membentuk gel homogen, *aging* dari gel yang dihasilkan dengan pencucian, pengeringan dan kalsinasi untuk membentuk produk akhir saringan molekul (Walujodjati, 2008).

2.8 FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan pengukuran dengan teknik pengumpulan spektra inframerah dan menghitung intensitas terhadap panjang gelombang atau bilangan gelombang (cm^{-1}) Analisis dengan metode ini didasarkan pada molekul yang memiliki frekuensi khusus yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Pengukuran spektroskopi FTIR standar berlangsung pada $7000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ tetapi juga dapat mencapai 50 cm^{-1} dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik dan detektor. Spektroskopi FTIR mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi dalam suatu sampel. Ketika sinar inframerah berinteraksi dengan materi, ikatan kimia akan mengalami vibrasi, *stretching*, atau *bending*. Sebagai hasilnya, gugus fungsi akan mengadsorpsi sinar inframerah dalam rentang panjang gelombang yang spesifik untuk setiap gugus fungsi. (Skoog dkk., 2014).

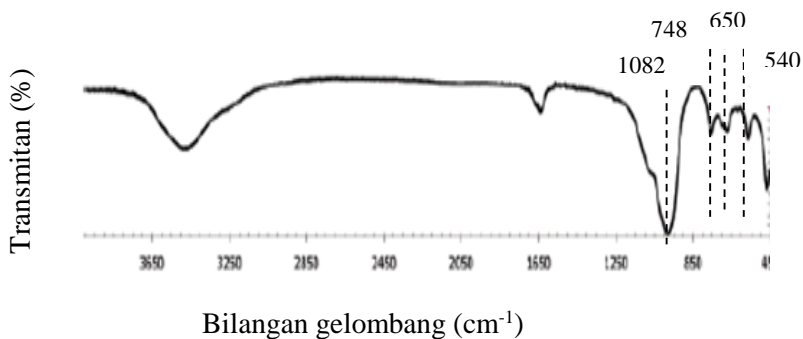
Cara kerja alat ini adalah sinar inframerah dengan frekuensi tertentu dilewatkan pada interferometer. Setelah melewati sampel, akan terukur sinyal yang disebut interferogram. Sinyal yang dihasilkan ini diolah menggunakan metode matematika *Fourier Transform*, sehingga dihasilkan spektrum yang sama dengan spektrum yang dihasilkan dari spektroskopi inframerah konvensional. Keunggulan spektroskopi FTIR dibandingkan dengan spektroskopi inframerah konvensional yaitu radiasi sumber sinar lebih tinggi, perbedaan sinyal dan noise ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi (Sibilia, 1996). Selain itu, spektrometer FTIR juga memiliki sensitivitas yang baik, kalibrasi panjang gelombang lebih akurat dan desain mekanik yang sederhana (Skoog dkk., 2014).



Gambar 2.6 Skema Kerja FTIR

(Skoog dkk., 2014)

Hasil dari analisis menggunakan spektroskopi inframerah ini digambarkan dengan spektrum yang menampilkan plot absorbansi atau transmitan energi dari sinar yang dipancarkan versus bilangan gelombang (Sibilia, 1996). Pada Gambar 2.7 merupakan contoh dari hasil analisa dari zeolit X dengan spektroskopi inframerah.



Gambar 2.7 Spektra inframerah Zeolit X

(Fox dkk., 2005)

Pada spektra tersebut, terdapat puncak serapan pada 1082 cm⁻¹ menunjukkan adanya Vibrasi ulur asimetris Al-O-Si. Puncak serapan pada 748 cm⁻¹ merupakan vibrasi simetris O-Si-O atau O-Al-O. Puncak serapan pada 650 dan 540 cm⁻¹ berturut-turut merupakan vibrasi ikatan cincin ganda (D4R dan D6R) dan vibrasi internal tetrahedral TO₄ (Ozdemir dkk, 2013).

2.9 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Metode XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan suatu metode analisis kualitatif yang digunakan untuk mengetahui jenis suatu mineral yang terbentuk dan kristalinitasnya. Analisis XRD dilakukan pada intensitas relatif tertentu yang merupakan suatu parameter yang menunjukkan banyaknya bidang kristal yang

terukur. Misalnya pada 2θ memiliki intensitas yang relatif tinggi, maka pada sudut tersebut terdapat banyak bidang kristal yang sama.

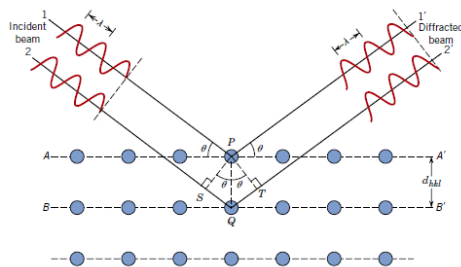
Analisis menggunakan alat difraktometer sinar-X didasarkan pada pola difraksi dari paduan atau senyawa yang dihasilkan oleh proses difraksi, ukuran panjang gelombang sinar-X harus tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam kristal, sehingga pola berulang dari kisi kristal akan berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk panjang gelombang sinar-X.

Prinsip kerja XRD adalah radiasi sinar X yang ditembakkan ke suatu sampel akan berinteraksi dengan elektron dalam atom-atom sampel. Interaksi ini akan menghasilkan suatu hamburan cahaya sesuai dengan bentuk, struktur dan keteraturan kristal-kristal sampel. Gelombang-gelombang hasil interaksi pada struktur kristal yang sama akan saling menguatkan pola atau difraktogram XRD yang sama.

Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar-X menumbuk sampel kemudian dipantulkan, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg, yaitu :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

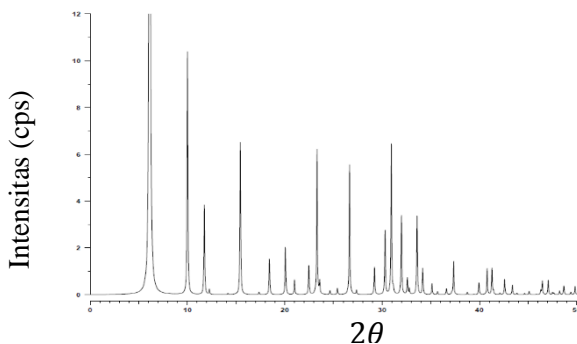
di mana n merupakan orde sinar bilangan bulat dan merupakan tingkat difraksi sinar-X, λ yakni panjang gelombang yang dihasilkan oleh katoda yang digunakan, seperti $\text{Cu K}\alpha = 1,5414 \text{ \AA}$, sedangkan d merupakan jarak antara batas lapisan permukaan dan θ merupakan sudut difraksi sinar-X terhadap permukaan kristal. Untuk mengetahui keadaan sinar datang dan sinar refleksi dari difraksi suatu bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Sudut difraksi sinar X

(Callister, 2009)

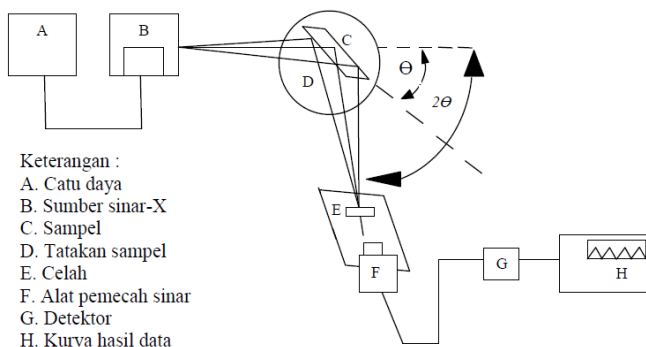
Pada material kristalin, atom- atom penyusunnya tersusun menyerupai bidang- bidang dengan jarak antar bidang yang tertentu dan setiap atom dapat memantulkan berkas sinar-X. Susunan atom yang teratur ini tidak terdapat pada amorf, karena pada material amorf atom penyusunnya tersusun secara acak. Pola difraksi sinar-X dari suatu material kristalin sesuai dengan struktur kristalnya. Hasil dari analisis menggunakan XRD ini digambarkan dengan sebuah difaktogram yang menampilkan plot sudut 2θ versus intensitas. Gambar 2.9 merupakan contoh dari hasil analisa dari zeolit X menggunakan XRD.



Gambar 2.9 Difaktogram XRD Zeolit X

(Treacy, 2001)

Gambar 2.10 merupakan contoh difraktogram zeolit X. Menurut Treacy dkk (2001), puncak zeolit X akan muncul pada 2θ sekitar 6,12; 10,00; 11,73; 15,43; 20,07° dengan puncak utama pada $2\theta = 6,12^\circ$. Puncak utama merupakan puncak dengan intensitas kristal tertinggi yang dimiliki oleh zeolit yang menandakan ciri khas dari suatu zeolit. Pola difraksi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 dihasilkan oleh instrumen difraktometer. Instrumen ini terdiri dari generator sinar-X, goniometer, dan detektor. Skema komponen difraktometer ditunjukkan pada Gambar 2.10.



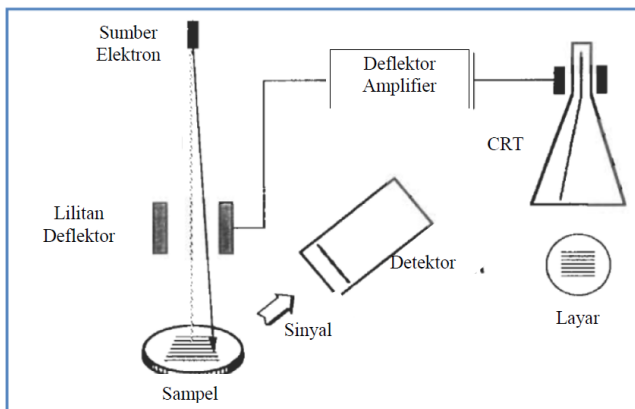
Gambar 2.10 Skema Komponen Difraktometer

(Callister, 2009)

2.10 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan teknik yang mampu memberikan informasi morologi padatan. Teknik ini dapat mengamati topografi permukaan dari padatan. SEM dapat menghasilkan gambar 3 dimensi karena kedalaman fokus alatnya. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan perbesaran dari 20 sampai 100.000 kali (Whyman, 1996).

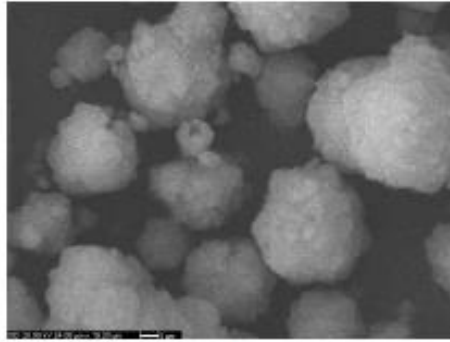
Pada instrumen SEM, elektron dari elektron *gun* dialirkan dengan percepatan 5-50 keV yang difokuskan pada daerah dengan diameter 50-500 Å pada permukaan sampel. Pemindaian pada SEM menggunakan *Electron beam* yang memindai permukaan sampel dengan kedalaman lebih dari 1 µm. Lepasnya elektron dan radiasi tergantung pada energinya. *Back-scattered electron* (BSE) keluar dari daerah dengan kedalaman tertentu pada sampel tersebut sehingga BSE tersebut menghindari tumbukan kedua setelah adanya *back-scattered* awal. Lepasnya elektron pada daerah *secondary* (SE) atau radiasi emisi lebih mudah karena memiliki energi yang lebih rendah daripada sinar datang (West, 2014).



Gambar 2.11 Skema Kerja SEM

(Brundle dkk, 2001)

Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-ray. EDX digunakan untuk mendapatkan komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 2014).



Gambar 2.12 Foto SEM Zeolit X Komersial
(Ozdemir dkk., 2013)

Adapun analisis morfologi zeolit X komersial diperlihatkan pada Gambar 2.12, menunjukkan bentuk partikelnya berbentuk seperti bola (*spherical*) (Ozdemir dkk, 2013).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain *beaker glass*, neraca analitis, pengaduk magnetik (*magnetic stirer*), hot plate, botol plastik high density polyethylene (HDPE), oven, kertas indikator pH universal. Sedangkan instrumen yang digunakan pada penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical type Xpert Pro, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S, SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain kaolin Bangka Belitung (54% SiO_2 dan 36% Al_2O_3 , wt% dianalisa menggunakan XRF), Natrium Aluminat (NaAlO_2) (53%, wt%), Ludox (30% SiO_2 dan 70% H_2O , wt%) natrium hidroksida ($\text{NaOH} \geq 99\%$, Merck), dan aquademineralisasi.

3.2 Prosedur Kerja

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis zeolit X dari kaolin Bangka Belitung dan bahan murni. Prosedur dan komposisi molar bahan yang digunakan untuk sintesis zeolit X merujuk kepada penelitian yang telah dilakukan Cahyo dkk (2016). Sintesis zeolit X ini melalui proses pembuatan gel yang terdiri dari tiga tahap antara lain *seed gel*, *feedstock gel*, dan *overall gel* yang kemudian diikuti proses hidrotermal. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Cahyo dkk (2016) komposisi *seed gel* = 10,67 Na_2O : 4 SiO_2 :

$\text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$ dan *feedstock gel* = 4,3 $\text{Na}_2\text{O} : 4 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$ menghasilkan zeolit X.

Pada penelitian ini, digunakan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4$ dengan variasi waktu hidrotermal selama 4, 6, dan 12 jam dan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada *feedstock gel* sebesar 4,3 ; 3,3 ; dan 2,3. Maka komposisi molar yang digunakan pada penelitian ini adalah:

seed gel = 10,67 $\text{Na}_2\text{O} : 4 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$
feedstock gel = $x \text{ Na}_2\text{O} : 4 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$

Tahapan sintesis zeolit X pada penelitian ini dapat dilihat pada penjelasan di bawah ini.

a. *Seed gel*

Pertama adalah pembuatan seed gel dengan komposisi molar sebesar 10,67 $\text{Na}_2\text{O} : 4 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$. Pada penelitian ini digunakan resep sebesar 1/100 dari resep awal yang bertujuan untuk efisiensi penggunaan bahan penelitian. Sebanyak 7,48 gram Natrium Hidroksida pellet (99% p.a) dimasukkan ke dalam botol HDPE 250 mL dan ditambahkan aquademineralisasi sebanyak 26,79 mL, diaduk menggunakan magnetic stirer hingga larut sempurna. Setelah NaOH dipastikan larut, ditambahkan NaAlO_2 sebanyak 1,9238 gram dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya ditambahkan ludox sebanyak 8,012 gram diaduk selama 15 menit. Kemudian ditutup botol plastik HDPE dibiarkan pada suhu ruang selama 24 jam.

b. *Feedstock gel*

Untuk pembuatan feedstock gel komposisi molar bahan sebesar $x \text{ Na}_2\text{O} : 4 \text{ SiO}_2 : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$. Untuk efisiensi penggunaan bahan digunakan 1/400 resep dari resep awal. Pada pembuatan feedstock dilakukan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, yaitu sebesar 2,3 ; 3,3 ; dan 4,3. Natrium Hidroksida pellet (99% p.a) sebanyak 2,976 gram untuk variasi 1 (2,3 mol), 4,272 gram untuk variasi 2

(3,3 mol), dan 5,576 gram untuk variasi 3 (4,3 mol) dimasukkan ke dalam botol HDPE 250 mL dan ditambahkan aquademineralisasi sebanyak 49,1883 gram diaduk menggunakan magnetic stirer hingga larut sempurna. Setelah larut sempurna, dimasukkan kaolin bangka belitung sebanyak 4,588 gram diaduk selama 30 menit dengan kecepatan 600 rpm. Setelah itu dimasukkan ludox sebanyak 4,721 gram diaduk selama 10 menit.

c. *Overall gel* dan proses hidrotermal

Overall gel dibuat dengan mencampurkan seed gel dengan *feedstock gel*. Sebanyak 3,95 gram seed gel dicampurkan ke dalam *feedstock gel*, diaduk selama 20 menit dengan kecepatan 600 rpm. Gel yang terbentuk kemudian diperan selama 24 jam pada suhu ruang.

Setelah 24 jam, gel yang terbentuk dalam botol HDPE dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105 °C dengan variasi waktu selama 4, 6, dan 12 jam. Selanjutnya, setelah proses hidrotermal selesai, hasil sintesis didinginkan pada suhu ruang kemudian dipisahkan padatan dari filtratnya. Padatan dicuci dengan aquademineralisasi hingga pH = 7. Kemudian dikeringkan pada suhu 105 °C selama +/- 12 jam.

3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis

Karakterisasi padatan yang dihasilkan menggunakan XRD (Difraktometer Sinar-X), FTIR (spektroskopi inframerah), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray*).

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Untuk mengetahui intensitas kristal pada sampel hasil sintesis digunakan difraktometer sinar-X. Sebanyak 1 gram sampel

padatan ditumbuk sampai halus kemudian diletakkan pada sampel holder dan diratakan. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan Difraktometer Sinar-X dengan sumber radiasi sinar $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$, pada 40 kV dan 30 mA dan 2θ antara 5 – 50.

3.3.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Spektroskopi inframerah digunakan untuk mengkarakterisasi padatan hasil sintesis sehingga dapat diketahui gugus fungsi yang ada pada padatan hasil sintesis. Sampel dianalisis pada bilangan gelombang $1400\text{--}400 \text{ cm}^{-1}$. Masing- masing sampel ditambahkan dengan KBr sebagai pendispersi dengan perbandingan 1-2:99-98. Keduanya dihaluskan dan dibentuk *pellet* kemudian diletakkan pada sampel holder dan dianalisa dengan spektrofotometer inframerah.

3.3.3 *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)*

Untuk mengetahui morfologi dari sampel yang telah disintesis, dilakukan analisis dengan SEM (SEM ZEISS EVO MA 10) dan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada padatan hasil sintesis digunakan EDX (BRUKER 129 EV). Sebelum dilakukan analisis, sampel terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan proses *coating* dengan Pd/Au selama 15 menit pada tekanan $6 \times 10^{-2} \text{ mBar}$.

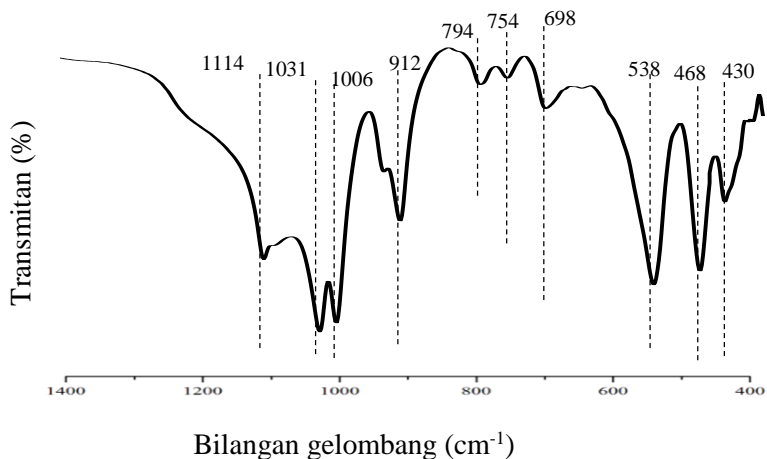
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, telah disintesis zeolit X dengan metode hidrotermal. Bahan baku yang digunakan untuk sintesis zeolit X adalah kaolin Bangka Belitung tanpa dikalsinasi. Pada penelitian ini dilakukan variasi mol Na_2O dan waktu hidrotermal. Metode yang digunakan dalam sintesis ini merujuk pada metode sintesis zeolit X yang telah dilakukan oleh Cahyo (2016), yaitu melalui pembuatan *gel*, yaitu *seed gel* dengan perbandingan mol $10,67\text{Na}_2\text{O}: 4\text{SiO}_2: 1\text{Al}_2\text{O}_3: 180\text{H}_2\text{O}$ dan *feedstock gel* dengan perbandingan mol $4,3\text{Na}_2\text{O}: 4\text{SiO}_2: 1\text{Al}_2\text{O}_3: 180\text{H}_2\text{O}$. Sementara itu, pada penelitian ini digunakan rasio mol *seed gel* dengan perbandingan mol $10,67\text{Na}_2\text{O}: 4\text{SiO}_2: 1\text{Al}_2\text{O}_3: 180\text{H}_2\text{O}$ dan *feedstock gel* dengan perbandingan mol $x\text{Na}_2\text{O}: 4\text{SiO}_2: 1\text{Al}_2\text{O}_3: 180\text{H}_2\text{O}$. Pengaruh rasio mol $\text{Si}/\text{Al} = 4$, mol Na_2O (x) yaitu 2,3; 3,3; dan 4,3, serta waktu hidrotermal selama 4, 6, dan 12 jam ini diamati dalam sintesis zeolit X. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur dan fasa kristal, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis vibrasinya, dan *scanning electron microscopy-energy dispersive x-ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur yang ada didalam padatan hasil sintesis.

4.1 Karakterisasi Kaolin Bangka Belitung

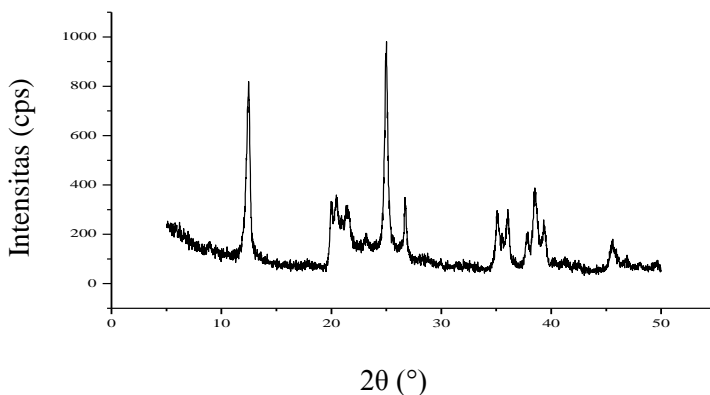
Kaolin dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus Si-Al pada kaolin, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terdapat dalam kaolin, dan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan unsur dalam kaolin.



Gambar 4.1 Spektra Inframerah Kaolin Bangka Belitung

Gambar 4.1 di atas merupakan spektra IR dari kaolin Bangka Belitung yang akan digunakan untuk sintesis zeolit X. Puncak-puncak yang terdapat pada spektra tersebut menggambarkan adanya gugus fungsi pada kaolin Bangka Belitung tersebut.

Spektrum kaolin pada Gambar 4.1 menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 430, 468, 538, 698, 754, 794, 912, 1006, 1031, dan 1114 cm⁻¹. Menurut Chandrasekar (1996), pita absorpsi kaolin yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 540 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ikatan Al-O pada Al[O(OH)]₆, sedangkan pada bilangan gelombang 430, 693, 752, 794, 1035, 1096, dan 1114 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ikatan Si-O pada SiO₄. Alkan., dkk (2005) melaporkan bahwa pada serapan pada daerah sekitar 1115 dan 1008 cm⁻¹ terdapat vibrasi Si-O-Si, pada serapan 795 dan 697 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi Al-O-H, sedangkan pada serapan 469 dan 430 cm⁻¹ terdapat vibrasi ikatan Si-O.



Gambar 4.2 Difaktogram XRD Kaolin Bangka Belitung

Gambar 4.2 di atas merupakan difaktogram hasil karakterisasi kaolin Bangka Belitung menggunakan XRD. Kahraman (2005) menyebutkan bahwa puncak khas yang dimiliki oleh kaolin terletak pada $2\theta = 12,3; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$. Pola difraktogram menunjukkan adanya kandungan fase kaolinit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) yaitu pada $2\theta = 12,3; 20,1; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$ (Ilic dkk., 2010).

Karakterisasi selanjutnya yaitu menggunakan *X-Ray Flourence* (XRF) yang bertujuan untuk mengetahui kandungan unsur dalam kaolin Bangka Belitung. Setelah dilakukan analisa, kandungan yang terdapat dalam kaolin Bangka Belitung dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Dari Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 berturut- turut adalah 36 dan 54,9%. Angka tersebut menunjukkan bahwa kaolin Bangka Belitung memiliki kandungan Si dan Al yang cukup tinggi, sehingga dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis zeolit X. Selain itu, kandungan logam yang terdapat dalam kaolin terbilang cukup sedikit, sehingga tidak mempengaruhi proses sintesis.

Tabel 4.1 Komposisi Kaolin Bangka Belitung

Senyawa	Prosentase (%)
Al_2O_3	36
SiO_2	54,9
P_2O_5	0,88
K_2O	2,88
CaO	0,58
TiO_2	0,551
V_2O_5	0,03
Cr_2O_3	0,042
MnO	0,039
Fe_2O_3	3,37
NiO	0,585
CuO	0,096
ZnO	0,02
Ga_2O_3	0,049
Rb_2O	0,18
ReO_7	0,08

4.2 Zeolit X variasi Rasio Mol Na_2O dan Waktu Hirotermal

4.2.1 Sintesis Zeolit X variasi Rasio Mol Na_2O dan Waktu Hidrotermal

Zeolit X disintesis dari kaolin Bangka Belitung secara langsung (tanpa kalsinasi) menggunakan metode hidrotermal dengan variasi 4, 6, dan 12 jam dan perlakuan *aging* selama 24 jam. sintesis zeolit X dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu pembuatan gel (pembuatan *seed gel*, *feedstock gel*, dan *overall gel*), nukleasi (*aging*), dan proses kristalisasi.

Seperti yang telah disebutkan di atas, pembuatan gel meliputi 3 tahapan, yang pertama pembuatan *seed gel*, dilanjutkan dengan *feedstock gel*, dan kemudian *overall gel*. Tahap pertama adalah pembuatan *seed gel*. *Seed gel* dibuat dengan prekursor seperti aquademineralisasi, NaOH, NaAlO₂, dan ludox. Aquademineralisasi bertindak sebagai pelarut dan sumber H₂O. NaOH sebagai agen *mineralizer* yang berguna untuk mempercepat kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga zat yang tidak dapat larut dalam air akan larut saat ditambahkan *mineralizer*. Selain itu NaOH juga merupakan sumber kation Na⁺ (Jumaeri dkk, 2009). NaAlO₂ merupakan sumber Alumina dan Na₂O, sedangkan ludox merupakan sumber silika dan H₂O. Pertama, ditimbang aquademineralisasi sesuai dengan rasio mol yang telah ditentukan dan dimasukkan ke dalam botol HDPE (*High Density Polyethylene*). Kemudian ditimbang NaOH dan dilarutkan dalam aquademineralisasi hingga larut. Pengadukan dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* yang bertujuan untuk menghomogenkan larutan. Sambil tetap diaduk, ditambahkan NaAlO₂ sesuai dengan jumlah yang telah ditetapkan, diaduk hingga larut. Kemudian ditambahkan ludox ke dalam larutan tersebut sambil terus diaduk sampai homogen. Setelah semua senyawa larut ditutup botol HDPE dan dilakukan *aging seed gel* selama 24 jam. Pemeraman atau *aging* ini bertujuan untuk pembentukan inti kristal (Ojha dkk., 2004). Larutan yang terbentuk berwarna putih.

Pembuatan *feedstock gel* hampir sama dengan pembuatan *seed gel*, hanya saja pada pembuatan *feedstock gel* digunakan kaolin Bangka Belitung sebagai sumber alumina dan silika. Pada pembuatan *feedstock gel* prekursor yang digunakan adalah aquademineralisasi, NaOH, kaolin, dan ludox. Semua perlakuan sama dengan *seed gel*, namun pada *feedstock gel* tidak perlu

dilakukan pemeraman atau *aging*. Pada *feedstock gel* ini dilakukan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$, sehingga jumlah NaOH yang ditambahkan berbeda dalam setiap variasinya.

Tahap selanjutnya adalah pembuatan *overall gel* yang dilakukan dengan menambahkan *feedstock gel* dan *seed gel* dengan perbandingan 18:1. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Robson dan Lillerud (2001). Setelah *feedstock gel* terbentuk, kemudian ditambahkan *seed gel* dengan jumlah yang telah ditentukan. Keduanya diaduk hingga homogen. Setelah itu ditutup botol HDPE dan diperam selama 24 jam pada suhu ruang. Menurut Bosch (1983), pemeraman dilakukan pada suhu ruang untuk memaksimalkan proses nukleasi sehingga terjadi pemutusan ikatan pada kaolin yang dibuktikan dengan berkurangnya kristalinitas kaolin.

Setelah dilakukan pembuatan gel, tahap selanjutnya adalah proses kristalisasi. Proses kristalisasi dilakukan melalui hidrotermal. Selama proses hidrotermal terjadi reaksi antara material padatan dengan pelarut air pada tekanan tinggi dalam wadah tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Proses ini bertujuan untuk menumbuhkan inti kristal. Suhu hidrotermal yang digunakan adalah 105°C , hal ini sesuai dengan penelitian Zhang dkk (2013). Waktu hidrotermal yang digunakan adalah selama 4, 6, dan 12 jam. Setelah proses hidrotermal, hasil sintesis didinginkan dan disaring untuk memisahkan padatan dari filtratnya. Padatan yang didapatkan dicuci dengan aquademinalisasi hingga pH 7 untuk menghilangkan sisa NaOH . Setelah itu, padatan dikeringkan pada suhu 105°C selama 12 jam untuk mengeliminasi pelarut air yang tersisa. Padatan hasil sintesis yang kering selanjutnya dikarakterisasi dengan spektroskopi inframerah (FTIR), difraksi sinar-X (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

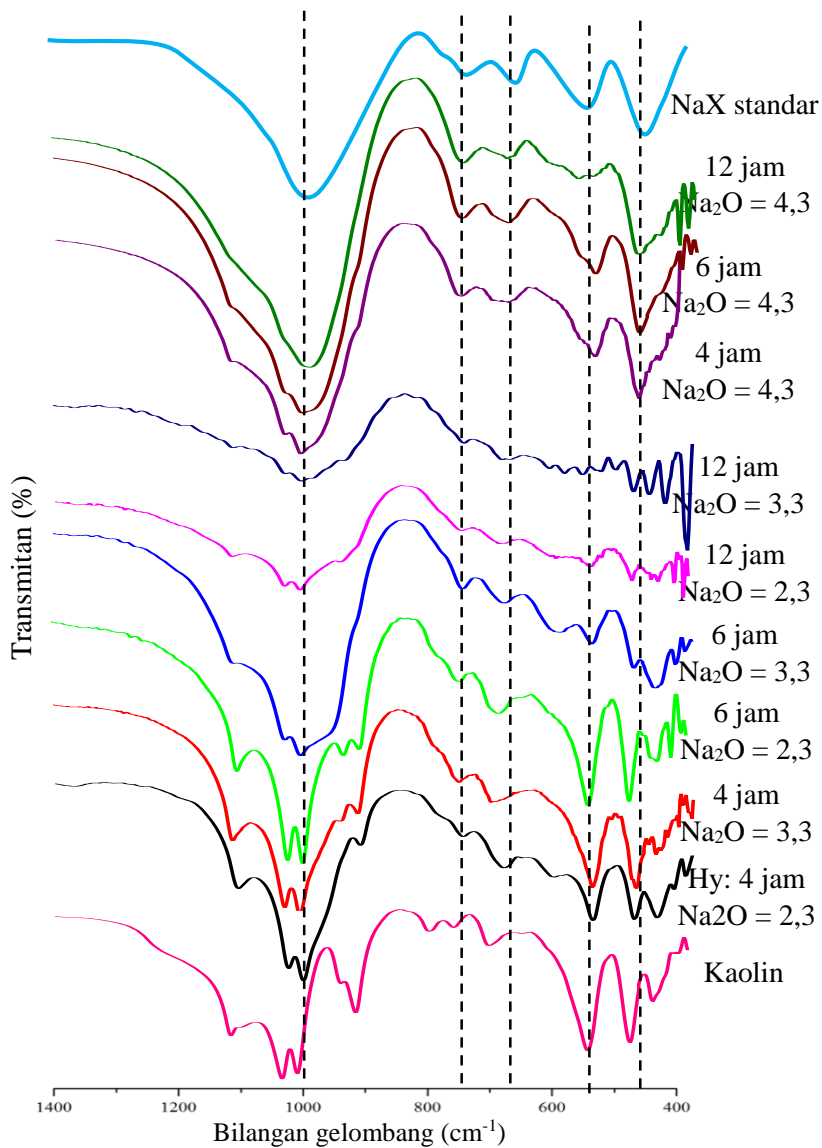
4.2.2 Karakterisasi Hasil Sintesis

4.2.2.1 Karakterisasi menggunakan FTIR

Karakterisasi hasil sintesis dengan spektra FTIR menggunakan instrumen spektroskopi inframerah Shimadzu *Instrument Spectrum One* 8400S yang dilakukan untuk mengidentifikasi struktur dan gugus fungsi yang terkandung dalam sampel hasil sintesis. Spektra diukur pada bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1} untuk setiap variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan waktu hidrotermal. Spektra FTIR dari sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ditunjukkan oleh Gambar 4.3 dan menghasilkan pita serapan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Pada spektra kaolin teridentifikasi puncak karakteristik pada bilangan gelombang 430, 468, 538, 698, 754, 794, 912, 1006, 1031, dan 1114 cm^{-1} . Menurut Chandrasekar (1996) puncak khas kaolin muncul pada bilangan gelombang 541 cm^{-1} yang merupakan vibrasi Al-O pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$, sedangkan pada 430, 693, 752, 794, 1035, 1096 dan 1114 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O pada SiO_4 .

Berdasarkan Gambar 4.3 pada variasi waktu hidrotermal dan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ berturut-turut 4 jam 2,3 mol; 4 jam 3,3 mol; dan 6 jam 2,3 mol memiliki spektra yang mirip dengan kaolin, selain itu muncul puncak 1006 dan 1030 cm^{-1} pada hasil sintesis sampel dengan variasi waktu dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ tersebut, sehingga dapat disimpulkan bahwa pada kondisi tersebut masih mengandung kaolinit. Untuk sampel yang lainnya sudah tidak mengandung kaolin yang berarti kaolin telah larut.



Gambar 4.3 Spektra Inframerah Hasil Sintesis

Tabel 4.2 Tabel Vibrasi pada Zeolit X standar dibandingkan dengan Hasil Sintesis

Sampel	Vibrasi internal tetrahedral TO₄ (T = Si, Al)	Vibrasi ikatan T-O, cincin ganda (D4R dan D6R)	Vibrasi simetris O-T-O	Vibrasi Asimetris T-O-T
NaX standar	540-440	650-500	748-668	1082-971
4jam Na=2,3	470, 538	599	680	1006,1030
4jam Na=3,3	466	538	700	1006,1030
6jam Na=2,3	468	536	748	1006,1030
6jam Na=3,3	468	536,588	744	1003
12jam Na=2,3	468	536,599	673,744	1004,1030
12jam Na=3,3	470,497	542	680,742	1003
4jam Na=4,3	466	536	678,748	1004
6jam Na=4,3	466	536	675,748	1001
12jam Na=4,3	466	538,561	673,744	987

Spektra inframerah sampel hasil sintesis yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 menunjukkan puncak serapan spesifik zeolit X pada

daerah sekitar 466-497, 536-599, 673-748 dan 987-1030 cm^{-1} . Pita serapan pada bilangan gelombang 466-497 cm^{-1} menandakan pada hasil sintesis yang telah dilakukan terdapat vibrasi internal tetrahedral TO_4 (T= Si atau Al). Pita serapan 536-599 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan T-O, cincin ganda (D4R dan D6R). Pita serapan pada bilangan gelombang 673-748 cm^{-1} menunjukkan vibrasi simetris O-T-O. Adanya serapan pada 987-1030 cm^{-1} menunjukkan vibrasi asimetris T-O-T (Manadee, 2016).

Hasil analisa di atas menunjukkan bahwa semua sampel mengandung vibrasi yang ada pada zeolit X. Namun, tidak semuanya merupakan zeolit X. Dari Gambar 4.3 fasa zeolit ditandai dengan garis putus-putus. Berdasarkan analisa kemiripan spektra, menunjukkan bahwa hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal 4 dan 6 jam dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ memiliki kemiripan yang besar dibandingkan dengan spektra yang lain, sehingga dapat disimpulkan bahwa fasa zeolit X telah terbentuk pada kondisi tersebut. Sementara itu, untuk spektra yang lain memiliki kemiripan yang sedikit dengan spektra standar zeolit X. Untuk mengetahui tentang struktur dan fasa kristal yang ada pada hasil sintesis tersebut, maka dilakukan karakterisasi dengan XRD.

4.2.2.2 Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa kristal pada hasil sintesis. Analisa dengan XRD ini diamati pada sudut 2θ sebesar 5-50°. Berdasarkan hasil analisa, didapatkan pola difaktogram dari sampel hasil sintesis yang akan diidentifikasi fasa kristal dan intensitasnya.

Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD terlihat bahwa dalam padatan hasil sintesis terdapat beberapa fase, yaitu fase zeolit X (FAU), zeolit P (GIS), dan kaolinit. Fase kaolin disimbolkan dengan tanda lingkaran warna hijau, fase zeolit X

dengan tanda segitiga berwarna biru, dan fase NaP disimbolkan dengan kotak berwarna oranye.

Menurut Treacy dkk (2001), puncak zeolit X akan muncul pada 2θ sekitar 6,12; 10,00; 11,73; 15,43; 20,07° dengan puncak utama pada $2\theta = 6,12^\circ$. Puncak zeolit P akan muncul pada 2θ sekitar 12,46; 17,66; 21,67; 28,10; 33,38; 46,08° dengan puncak utama pada $2\theta = 28,10^\circ$. Fasa kaolinit memiliki puncak karakteristik pada 2θ sekitar 12,3; 20,1; dan 24,8° (Kahraman, 2005).

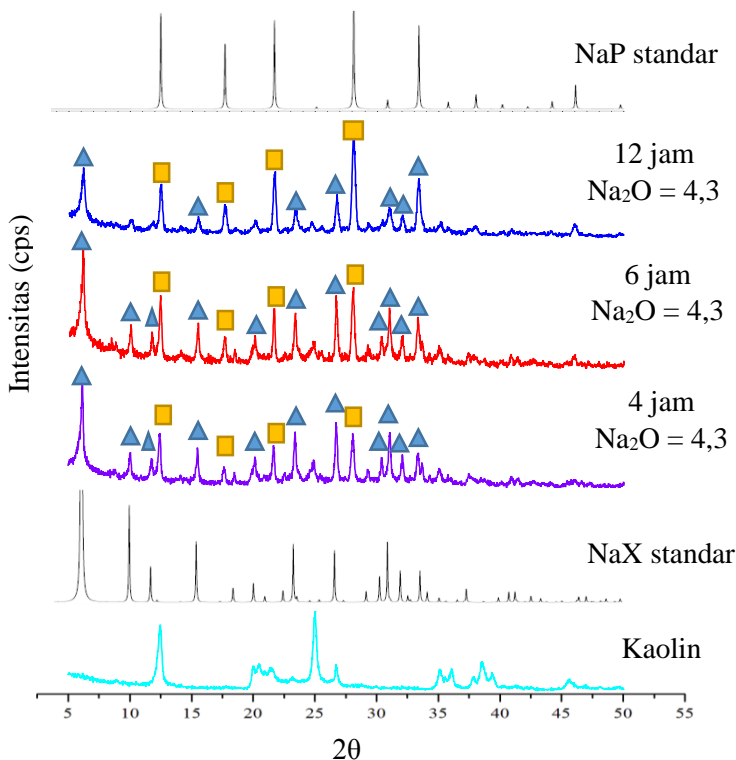
Dari penelitian yang telah dilakukan, puncak utama zeolit X akan muncul pada pengaruh waktu hidrotermal dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ tertentu. Berikut ini penjelasan mengenai hasil sintesis zeolit X berdasarkan pengaruh variasi waktu hidrotermal dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

4.2.2.2.1 Pengaruh Waktu Hidrotermal

Telah dilakukan sintesis zeolit X dengan variasi waktu hidrotermal selama 4, 6, dan 12 jam pada suhu 105 °C. Proses hidrotermal merupakan proses pembentukan kristal pada zeolit (Volli dkk., 2015). Pengaruh variasi waktu hidrotermal ini diamati dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada *feedstock gel* yang sama, yaitu $3,3\text{Na}_2\text{O} : 1\text{Al}_2\text{O}_3 : 4\text{SiO}_2 : 180 \text{H}_2\text{O}$.

Berdasarkan difaktogram hasil analisa dengan XRD pada Gambar 4.4 dapat dilihat bahwa mulai 4 jam sudah muncul puncak utama zeolit X, yaitu pada 6,15; 10,045; 11,79; 15,48; 17,68; 20,11; 31,01°. Namun, pada kondisi ini juga terdapat fasa lain, yaitu zeolit P yang ditandai dengan munculnya puncak utama zeolit P di $2\theta = 28,13^\circ$ dalam hasil sintesis. Hasil analisa sampel dengan waktu hidrotermal 6 jam, didapatkan hasil yang hampir sama dengan waktu hidrotermal 4 jam, hanya saja intensitas pada puncak utamanya lebih tinggi dari 4 jam. Puncak- puncak yang muncul

yang menandakan bahwa hasil sintesis dengan waktu hidrotermal 6 jam juga menghasilkan zeolit X ditunjukkan pada $2\theta = 6,1; 9,99; 11,70; 15,44; 17,66; 20,05; 30,96^\circ$. Terdapat pula fase zeolit P pada hasil sintesis ini, yaitu ditandai dengan munculnya puncak pada $2\theta = 28,03^\circ$. Selanjutnya yaitu hasil sintesis zeolit X dengan waktu hidrotermal 12 jam. Hasil analisa memperlihatkan bahwa intensitas utama pada puncak utama zeolit X mulai rendah dan beberapa mulai tidak tampak. Namun, puncak- puncak zeolit P semakin terlihat pada kondisi ini.

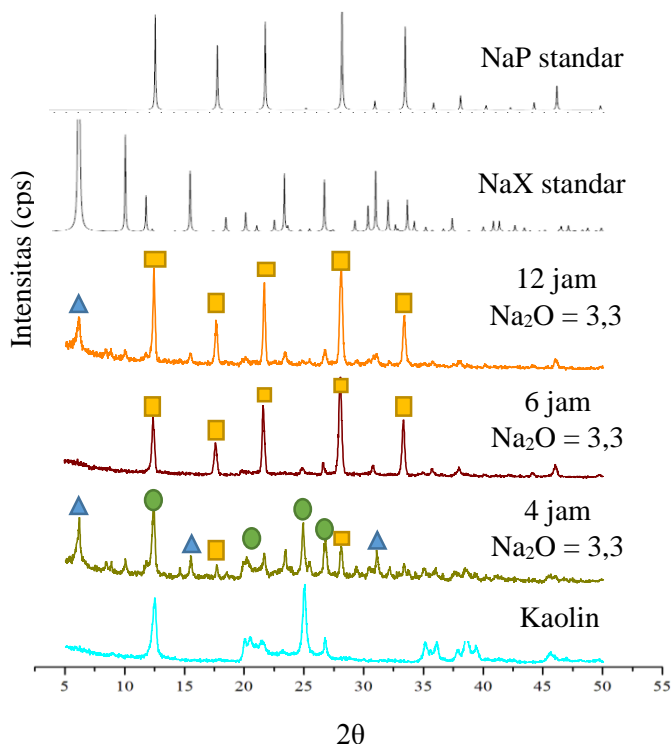


Gambar 4.4 Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal

Dari Gambar 4.4 dapat dilihat bahwa zeolit X optimal pada waktu hidrotermal 6 jam. Karena, dengan waktu hidrotermal 4 jam sudah terbentuk zeolit X, namun dengan intensitas yang lebih rendah, sedangkan untuk waktu hidrotermal 12 jam, intensitasnya sudah berkurang. Hasil ini sesuai dengan hasil analisa menggunakan FTIR bahwa sudah tidak terdapat kaolin pada hasil sintesis.

Selanjutnya yaitu pengaruh waktu hidrotermal diamati dengan komposisi pada *feedstock gel* = $3,3\text{Na}_2\text{O} : 1\text{Al}_2\text{O}_3 : 4\text{SiO}_2 : 180 \text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan difaktogram pada Gambar 4.5 terlihat bahwa hasil sintesis dengan waktu hidrotermal selama 4 jam dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ terdapat 3 fasa, yaitu fasa kaolin, zeolit X, dan zeolit P. Adanya fasa kaolin ditandai dengan munculnya puncak $2\theta = 12,3; 20,19; \text{ dan } 24,87^\circ$. Hal ini menunjukkan bahwa kaolin belum larut sempurna. Fase zeolit X terdapat dalam hasil sintesis ini pula, yaitu munculnya puncak utama zeolit X pada $2\theta = 6,16^\circ$ dengan intensitas yang lebih rendah dari puncak kaolin. Terdapat pula fase zeolit P yang muncul pada $2\theta = 28,07^\circ$, namun intensitasnya sangat rendah. Hasil analisa ini sesuai dengan hasil analisa menggunakan FTIR, yaitu sintesis dengan waktu hidrotermal selama 4 jam dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ masih terdapat kaolin yang belum larut. Selanjutnya yaitu variasi waktu hidrotermal 6 jam. Berdasarkan difaktogram, hasil sintesis dengan kondisi ini hanya terdapat 1 fase, yaitu zeolit P. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.5 bahwa puncak-puncak yang muncul sama persis dengan puncak zeolit P standar menurut Treacy dkk (2001). Hasil analisa ini juga sesuai dengan hasil analisa dengan FTIR yang ditunjukkan dengan tidak adanya fase kaolin. Untuk waktu hidrotermal 12 jam terdapat 2 fase, yaitu zeolit P dan zeolit X. Namun, hanya muncul 1 puncak yang menandakan adanya zeolit X dengan intensitas yang rendah pula

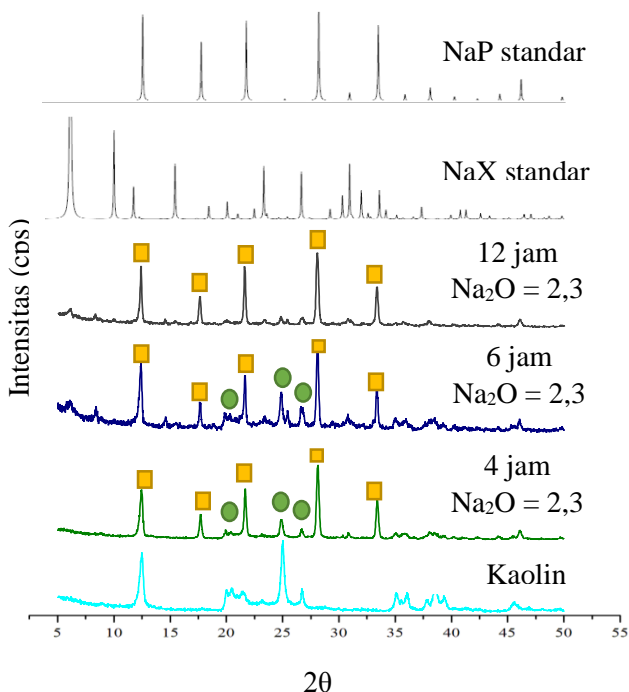
yaitu pada $2\theta = 6,13^\circ$. Selain itu, puncaknya merupakan puncak yang dimiliki oleh zeolit P. Dari hasil tersebut, dapat dikatakan bahwa hasil sintesis waktu hidrotermal 4 jam terdapat 3 fase salah satunya kaolin, 6 jam hanya terdapat 1 fase yaitu zeolit P, dan 12 jam 2 fase yaitu zeolit X dan P dengan intensitas zeolit P lebih rendah dari intensitas zeolit P dengan waktu hidrotermal 6 jam.



Gambar 4.5 Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal

Variasi waktu hidrotermal dengan komposisi *feedstock gel* = $2,3\text{Na}_2\text{O}$: $1\text{Al}_2\text{O}_3$; 4SiO_2 ; $180\text{H}_2\text{O}$ juga diamati pada penelitian

ini. Dari Gambar 4.6 di bawah, dengan jumlah mol Na_2O yang sama namun dengan waktu hidrotermal yang berbeda, maka hasil yang didapatkan berbeda pula. Sesuai spektra IR, pada waktu hidrotermal selama 4 jam, terdapat 2 fase, yaitu zeolit P dan kaolin, sedangkan pada waktu hidrotermal 6 jam juga terdapat 2 fase (zeolit dan kaolin) namun intensitas kaolin pada waktu hidrotermal 6 jam sudah berkurang. Untuk waktu hidrotermal 12 jam, sudah tidak terdapat fasa kaolin, namun terbentuk zeolit P murni. Zeolit P akan muncul apabila waktu pemanasan lebih lama dan sedikitnya keberadaan alkali dalam sampel hasil sintesis (Hansen dkk, 1993)



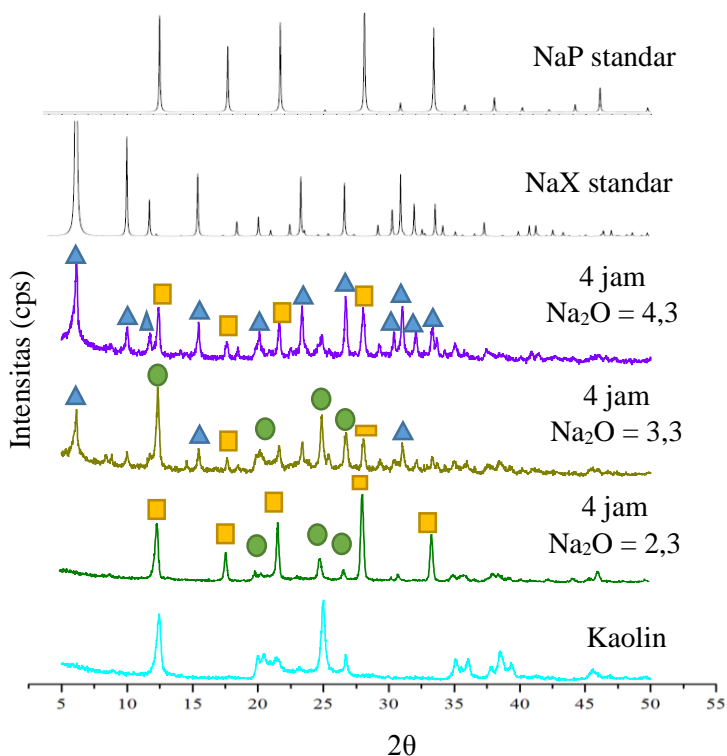
Gambar 4.6 Difaktogram XRD hasil sintesis dengan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,3 dengan perbedaan waktu hidrotermal

4.2.2.2.2 Pengaruh mol Na_2O

Telah dilakukan pula variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada *feedstock gel*, yaitu sebesar 2,3; 3,3; dan 4,3. Na_2O berpengaruh terhadap kristalinitas pada hasil sintesis, selain itu Na_2O juga berpengaruh terhadap struktur pada zeolit yang dihasilkan. Ion Natrium dikenal untuk menstabilkan kerangka zeolit terutama anggota cincin 6 (Volli dkk., 2015). Sumber Na_2O didapatkan dari NaOH . NaOH sendiri berfungsi sebagai agen *mineralizer* yang berguna untuk mempercepat kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga zat yang tidak dapat larut dalam air akan larut saat ditambahkan *mineralizer* (Jumaeri, 2009).

Dengan waktu hidrotermal yang sama, namun rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang berbeda, hasil sintesis yang didapatkan berbeda pula. Seperti yang terlihat pada Gambar 4.7 menunjukkan hasil karakterisasi sampel hasil sintesis menggunakan XRD untuk variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal yang sama. Dari Gambar 4.7 dapat dilihat perbedaan pola difraktogram XRD pada masing-masing hasil sintesis dengan variasi tersebut.

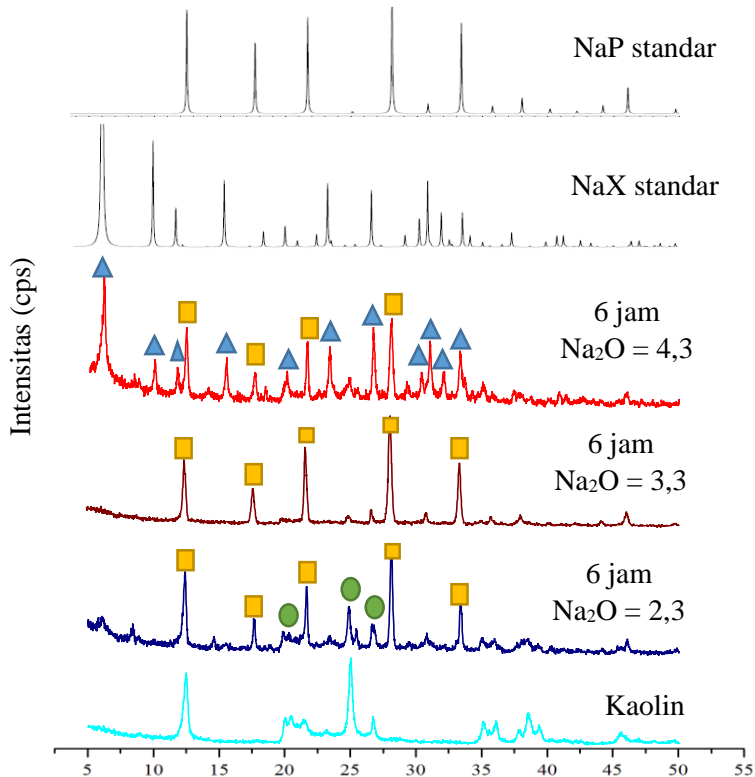
Untuk perlakuan sintesis dengan waktu hidrotermal yang sama yaitu 4 jam dan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ menghasilkan 2 fase, yaitu fase kaolin dan zeolit P. Untuk rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ menghasilkan 3 fase, yaitu fase zeolit X (dengan intensitas kristal rendah), kaolin, dan zeolit P. Namun, saat rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ di tambahkan menjadi 4,3 mol, maka yang terbentuk adalah zeolit X dan P. Hal ini membuktikan bahwa semakin sedikit jumlah Na_2O dari NaOH , maka kelarutan bahan- bahan juga semakin rendah dibuktikan dengan masih adanya kaolin dalam hasil sintesis dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,3$ mol.



Gambar 4.7 Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 4 jam

Untuk waktu hidrotermal selama 6 jam dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang berbeda, juga didapatkan hasil yang berbeda. Jumlah mol $\text{Na}_2\text{O}= 2,3$ menghasilkan 2 fase, yaitu fase kaolin dan zeolit P, sedangkan untuk rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3= 3,3$ sudah tidak terdapat fase kaolin namun hanya terdapat fase zeolit P saja, dan untuk rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3= 4,3$ terdapat 2 fase, yaitu zeolit X dan P. Seperti yang telah dijelaskan di atas, bahwa semakin besar rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ maka kaolin juga akan

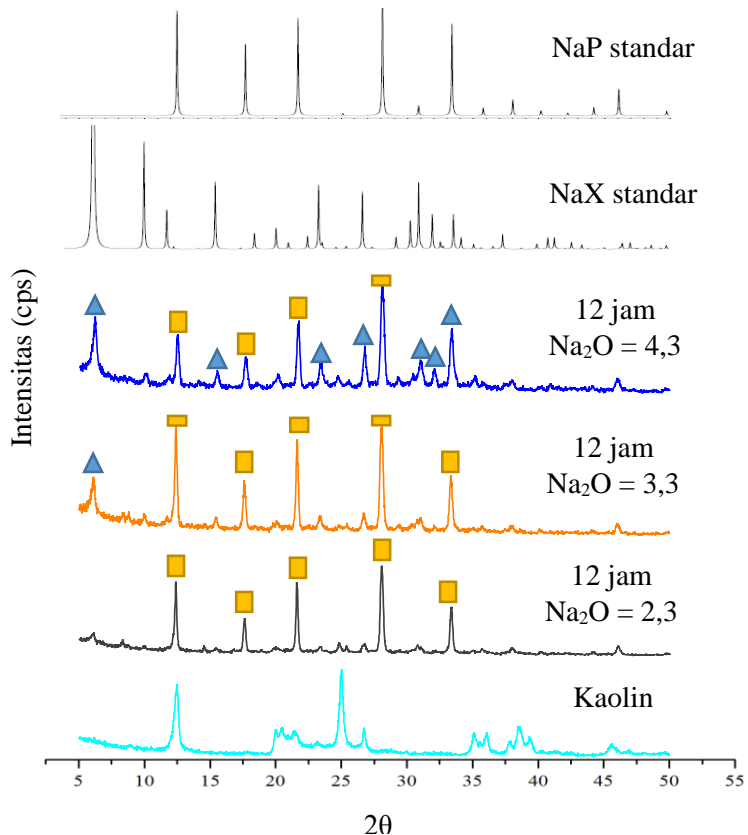
semakin larut. Selain itu, semakin besar rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ akan mengubah struktur pada zeolit, hal ini terlihat dari transformasi GIS (zeolit P) dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ menjadi FAU (zeolit X) rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$.



Gambar 4.8 Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 6 jam

Dan untuk waktu hidrotermal 12 jam, pada hasil sintesis rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,3$ menghasilkan zeolit P murni. Hasil

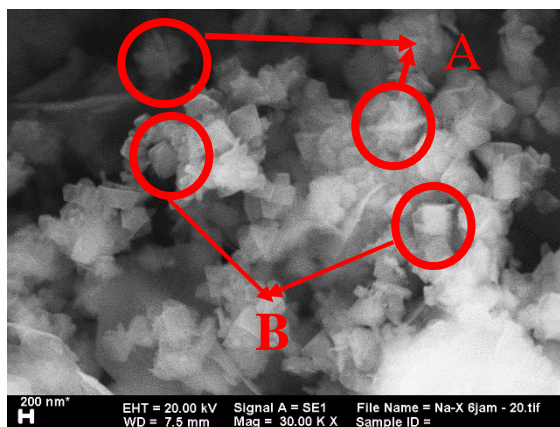
sintesis rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ menghasilkan zeolit P dan X dengan kristalinitas zeolit X yang rendah. Namun, pada hasil sintesis dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$, kristalinitas zeolit X lebih tinggi dari pada zeolit P. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak Na_2O yang ditambahkan, maka kristalinitas zeolit X akan bertambah.



Gambar 4.9 Difaktogram XRD hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu hidrotermal 12 jam

4.2.3 Karakterisasi menggunakan SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk mengetahui morfologi dan ukuran kristal sampel, sedangkan *Electron Dispersive X-ray* (EDX) untuk mengetahui unsur-unsur yang terdapat dalam sampel. Hasil sintesis dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal = 6 jam memiliki intensitas kristal zeolit X yang tinggi, sehingga karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan pada sampel hasil sintesis tersebut. Hasil analisa dengan SEM ditunjukkan pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Mikrograf SEM sampel hasil sintesis $\text{Na}_2\text{O}=4,3$ dan waktu hidrotermal = 6 jam

Gambar 4.10 menunjukkan bahwa kristal pada hasil sintesis dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal 6 jam, memiliki beberapa bentuk morfologi kristal, yaitu berbentuk X yang ditunjukkan oleh anak panah A dan berbentuk kotak seperti yang ditunjukkan oleh anak panah B. Morfologi tersebut sudah berbeda dengan morfologi kaolin yang berbentuk lembaran. Pada

hasil sintesis dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal = 6 jam.

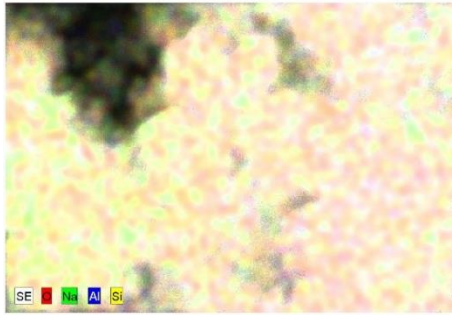
Seperti yang telah dilaporkan oleh Feng dkk (2009) yang mengelompokkan zeolit menurut rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ bahwa pada dasarnya zeolit X merupakan zeolit bersilika rendah. Bosch dkk (1983) telah berhasil melakukan sintesis zeolit X dengan rasio $\text{Si}/\text{Al} = 2,93$. Oleh karena itu, dilakukan analisa menggunakan *Energy Dispersive X-ray* (EDX) untuk mengetahui unsur yang terdapat pada sampel zeolit X variasi waktu hidrotermal 6 jam dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ yang telah disintesis. Hasil karakterisasi EDX tersebut ditampilkan pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Komposisi penyusun kristal

Si	O	Al	Na	Rasio Si/Al
15,69%	59,71%	15,61%	8,99%	1,882

Berdasarkan hasil EDX diketahui bahwa sampel hasil sintesis mengandung unsur- unsur yang digunakan sebagai prekursor yaitu Si, Al, Na, dan O. Dari hasil perhitungan menggunakan data % atom Si dan Al diperoleh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,882.

Distribusi komposisi unsur hasil sintesis dapat diketahui dari hasil pemetaan (*mapping*) pada SEM-EDX. Gambar 4.11 menunjukkan distribusi hasil sintesis zeolit X variasi waktu hidrotermal 6 jam dan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$. Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diketahui bahwa unsur Si dan Al terdistribusi pada sampel hasil sintesis.



Gambar 4.11 Persebaran unsur pada permukaan kristal

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan di dapatkan kesimpulan bahwa zeolit X dari kaolin Bangka Belitung dapat disintesis dengan metode hidrotermal secara langsung (tanpa kalsinasi pada kaolin). Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), bertambahnya rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ menyebabkan intensitas fasa faujasit semakin tinggi. Lama waktu hidrotermal berpengaruh pada intensitas kristal hasil sintesis. Dengan komposisi prekursor yang sama, untuk variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ hidrotermal selama lebih dari 6 jam menyebabkan transformasi dari zeolit X menjadi P, intensitas kristal zeolit X tertinggi terdapat pada variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal 6 jam, namun masih terdapat fasa lain, yaitu zeolit P. Untuk variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$, puncak utama Zeolit X muncul pada waktu hidrotermal 12 jam. Untuk variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 2,3$, semakin lama waktu hidrotermal fasa yang terbentuk adalah zeolit P. Berdasarkan hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kristal zeolit X pada sampel variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4,3$ dan waktu hidrotermal = 6 jam memiliki morfologi berbentuk kotak dan X. Sedangkan berdasarkan hasil perhitungan komposisi rasio Si/Al dari *Energy Dispersive X-ray* (EDX) menunjukkan bahwa komposisi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam sampel adalah sebesar 1,822. Oleh karena itu, sampel hasil sintesis termasuk dalam golongan zeolit bersilika rendah.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya yang berkaitan tentang sintesis zeolit X berbahan dasar kaolin Bangka Belitung disarankan untuk melakukan beberapa variasi, misalnya waktu pemeraman atau suhu hidrotermal untuk mengetahui kondisi optimal untuk mendapatkan zeolit X yang murni.

DAFTAR PUSTAKA

- Ackley, Mark W., Salil U. Rege, Himanshu Saxena. 2002. Application of Natural Zeolites in the Purification and Separation of Gases. *Microporous and Mesoporous Materials*. 61, 25-42.
- Adamczyk, B. Bialecka. 2005. Hydrothermal Synthesis Of Zeolites From Polish Coal Fly Ash. *Polish Journal of Environmental Studies* 14, 713–719.
- Adamis, Z .2005. *Bentonite, Kaolin, and Selected Clay Minerals*, Vol. 231, Geneva: World Health Organization.
- Akolekar, D., Chaffee, A., & Howe, R..1997. The Transformations of Kaolin to Low-Silica X Zeolite, *Zeolite*, page 359-365
- Alberti, A., Colella, C., Oggiano, G., Pansini, M., & Vezzalini, G., .1994. Zeolite production from waste kaolin containing materials, *Material Engineering*, page 145-158
- Alkan, M., Hopa., C., Yilmaz., Z., Guler., H. 2005. The effect of alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolite NaA from natural kaolinite, *Microporous and Mesoporous Materials*, 86, 176-184.
- Auer, H. H. Hofmann. 1993. Pillared Clays: Characterization Of Acidity And Catalytic Properties And Comparison With Some Zeolites, *Application of Catalyst A Gen*. 97, 23–38.

- Bauer, A., & Berger, G. 1998. Kaolin and smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35 and 80 C, *Application of Geochem.*, page 905–916
- Bekkum, V. H., Flanigen, E. M., Jacobs, P. A., & Jansen, J. C., .1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*, Netherlands: Elsevier
- Bosch, Pedro., Lourdes Ortiz., Isaac., S. 1983. Synthesis of Faujasite Type Zeolites from Calcined Kaolins. *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev*, 22, 401-408.
- Breck, D., .1974, *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Uses*, New York: John Wiley.
- Buhl, J., .1991, Synthesis and characterization of the basic and nonbasic members of the cancrinite-natrodayne family, *Thermochim. Acta* , page 19-31
- Buhl, J. C., & Loens, J., .1996, Synthesis and crystal structure of nitrate enclathrated sodalite $\text{Na}_8[\text{AlSiO}_4]_6(\text{NO}_3)_2$. *Journal of Alloys Compound.*, page 41-47
- Buhl, J. C., Stief, F., Fechtelkord, M., Gesing, T. M., Taphom, U., & Taake, C., 2000, Synthesis, X-ray diffraction and MAS NMR characteristics of nitrate cancrinite $\text{Na}_{7.6}[\text{AlSiO}_4]_6(\text{NO}_3) \cdot 1.6(\text{H}_2\text{O})_2$, *Journal of Alloys Compound.*, page 93-102
- Buhl, J. C., Hoffmann, W., Buckermann, W. A., & Muller-Warmuth, W., .2000. The crystallization kinetics of sodalites grown by the hydrothermal transformation of kaolin studied by ^{29}Si MAS NMR, *Solid State Nucleic Magnetic Resonantion.*, page 121-128.
- Byrappa K., M. Yoshimura. 2013. *Handbook of Hydrothermal Technology 2nd Edition*. USA: William Andrew.

- Cahyo, Ika. 2016. Pengaruh Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Pada Sintesis Zeolit Y Secara Langsung Dari Kaolin Bangka Belitung. *Skripsi*, Kimia FMIPA ITS.
- Callister, W.D. 2009. *Materials Science and Engineering An Introduction 8Th*. John Wiley & Sons Inc.
- Chandrasekhar, S., dan Pramada, P.N., .1999., Investigation on Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin, *Journal of Porous Materials*, vol 6, page 283-297.
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P. N. 2008. Microwave assisted synthesis of zeolite A from metakaolin, *Microporous Mesoporous Mater.*, page 152-161
- Corma, A., .1997., From Microporous to Mesoporous Molecular Sieve Materials and Their Use in Catalysis, *Chem. Rev.*, 2373-2419.
- Costa, Enrique., Antonio de Lucas., M. Angeles U., J. Carlos R. 1988. Synthesis of 4A Zeolite from Calcines Kaolins for Use in Detergent. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 27, 1291-1296.
- Cristobal, A.G San., R. Castello, M.A. Martin Luengo, C. Vizcayno. 2010. Zeolites Prepared From Calcined And Mechanically Modified Kaolins A Comparative Study. *Applied Clay Science*, 49, 239-246.
- Fan, Y. F. Zhang, J. Zhu, Z. Liu. 2008. Effective Utilization Of Waste Ash From MSW And Coal Co-Combustion Power Plant – Zeolite Synthesis. *Journal Hazardous Material* 153, 382–388.
- Feng, Hui., Chunyi Li., H. Shan. 2009. In-situ Synthesis and Catalytic of ZSM-5 zeolite. *Applied Clay Science*, 42, 439-445.
- Fox, Jack D., A. Meenakshi. 2005. Effect of *tert*-Butyl Halide Molecular Siting in Crystalline NaX Faujasite on The

- Infrared Vibrational Spectra. *Journal of Physics and Chemistry*, 109, 9917-9926.
- Georgieva, Dimitar., Bogdan .B., K. Angelova. 2009. Synthetic Zeolites - Structure, Clasification, Current Trends In Zeolite Synthesis Review. *International Science Conference*, 7, 1-5.
- Gougazeh, Mousa., J.-Ch. Buhl. 2013. Synthesis and Characterization of Zeolite A by Hydrothermal Transformation of Natural Jordanian Kaolin. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 15, 35-42.
- Gualtieri, A., Norby, P., Artioli, G., & Hanson, J.,. 1997. Kinetic study of hydroxysodalite formation from natural kaolins by timeresolved synchrotron powder diffraction, *Microporous Mater.*, page 189-201.
- Hansen, S., Angel, R., Canovas, R., Filth, L., 1993. On the crystal chemistry of NaP zeolites, *Zeolites*, 13, 276 280.
- Hardie, S. M. L. dkk., 2005. Carbon Dioksida Capture using a Zeolit Molecular Sieve Sampling System for Isotopic Studies (^{13}C and ^{14}C) of Respiration. *Radiocarbon*, 47, 441-451.
- Htun, Mie Mie Han., M.M Htay., M.Z. Lwin. 2012. Preparation of Zeolite (NaX, Faujasite) From Pure Silica and Alumina Sources. *International Conference on Chemical Processes and Environmental Issues*, 212-216.
- Ilic, B., Mitrovic, A., & Milicic, L. 2010. *Thermal Treatment of Kaolin Clay to Obtain Metakaolin*. Institute for Testing of Materials, Belgrade, Serbia
- Jumaeri, Sutarno, E.S. Kunarti, S.J. Santosa. 2009. Pengaruh Konsentrasi Naoh Dan Temperatur Pada Sintesis

- Zeolit Dari Abu Layang Secara Alkali Hidrotermal. *Jurnal Zeolit Indonesia*, 8, 22-32.
- Kahraman, Sibel, Önal, M., Sarıkaya, Y., Bozdoğan, I. 2005. Characterization of Silica Polymorphs in Kaolins by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment. *Analytica Chimica Acta*, 552, 201–206.
- Kim, D.J., Chung H.S., 2003, Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite from Serpentine, *Applied Clay Science*, 24, 69-77
- Kuceba, W. Nowak. 2005. A Thermogravimetric Study Of The Adsorption Of CO₂ On Zeolites Synthesized From Fly Ash. *Thermochim. Acta* 437 , 67–74.
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai Negara. *Prosiding seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*.
- Lillerud, Karl Petter. 2001. *Verified Syntheses Of Zeolitic Materials 2nd Edition*. Netherland: Elsevier
- Loiola, A. R., Andrade, J. C., Sasaki, J. M., & da Silva, L. R. 2012. Structural analysis of zeolite NaA synthesized by a cost-effective hydrothermal method using kaolin and its use as water softener, *Journal of Colloid Interface Science*, 34-39
- Machado, D.M.M. Miotto. 2005. Synthesis of Na-A and -X zeolites from oil shale ash. *Fuel* 84, 2289–2294.
- Manadee, N. Supamathanon, S. Prayoonpokarach, J. Wittayakan. 2012. Catalyst preparation by addition of K and Na on zeolite NaX for transesterification of jatropha seed oil. *Asian Conference on Sustainability Energy, and the Environment*, 400–412.
- Manadee, S., O. Sophipun., N. Osakoo. 2016. Identification of potassium phase in catalysts supported on zeolite NaX

- and performance in transesterification of Jatropha seed oil. *Fuel Processing Technology*, 156, 62-67
- Marcelo, L. M., Diego, I. P., Nadia, R. C., Fernandes.Machado, S. B., & Pergher. 2007. Synthesis of mordenite using kaolin as Si and Al source, *Applied Clay Science.*, page 99-104
- Mockovciakova, Annamaria, Marek M., Zuzana O., Pavol H., Erika K. 2007. Structural characteristics of modified natural zeolite. *Journal Porous Mater*, 15: 559- 564
- Mohamed, R., Mkhalid, I., & Barakat, M. A.,2012, Rice husk ash as a renewable source for the production of zeolite NaY and its characterization, *Arabian Journal of Chemistry*, page 48-53.
- Moore, E., and Smart, L. 1993. *Solid State Chemistry: An Introduction 1st edition*, London : Chapman & Hall University and Professional Division.
- Moreno, Natalia., X. Querol., C. Ayora,dkk. 2001. Potential Environmental Application Of Pure Zeolitic Material Synthesized From Fly Ash. *Journal Of Environmental Engineering*, 127, 994-1002.
- Murray, H.H .2000. Traditional and New Applications for Kaolin, Smectite, and Palygorskite: A General Overview, *Applied Clay Science*, 17, 207–221.
- Murray, H .2007,. *Applied Clay Mineralogy*, Vol. 17, Netherland: Elsevier
- Muttaqin, Afdhal., Riri. M., Syukri.D. 2011. Pengaruh Fisisorpsi Zeolit Alam Teraktivasi pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Ilmu Fisika*, Vol 3, 32-37.
- Ojha, K. N.C. Pradhan, A.N. Samant. 2004. Zeolite from fly ash: synthesis and characterization, *Bull. Mater. Sci.* 27, 555–564.

- Ouki Sabeha Kesraoui, C.R. Cheeseman, Roger Perry. 1993. Natural Zeolite Utilisation in Pollution Control: A Review of Application to Metals Effluents. *Journal of Chemical Technology and Biotechnol*, 59, 121-126.
- Ozdemir, Ozgul Dere., Sabriye Piskin. 2013. Zeolite X Synthesis with Different Sources. *Internetonial Journal of Chemical, Enviromental, and Biological Sciences* , vol 1, 2320- 2324.
- Payra, P. dan Dutta, P.K. 2003. *Zeolites : A Primer, Handbook of Zeolite Science and Technology*, Marcel Dekker: New York
- Prasad, M. S., Reid, K. J., & Murray, H. H.,1991. Kaolin: processing, properties and applications, *Applied Clay Science*, 87-119.
- Purnomo C.W., Salim C., Hinode H. 2000. Synthesis of pure Na-X and Na-A zeolite from bagasse fly ash, *Microporous and Mesoporous Materials*, 162, 6-13
- Rayalu, S.U. Meshram, M.Z. Hasan. 2000. Highly crystalline faujasitic zeolites from flyash. *Journal of Hazard. Material*, 77, 123–131.
- Rees, L., & Chandrasekhar, S.,1993, Hydrothermal reaction of kaolin in presence of fluoride ions at pH less than 10, *Zeolites*, page 534-541.
- Rios, C.A, C.D. Williams. M.A. Fullen. 2008. Nucleation and Growth of Zeolite LTA Synthesized From Kaolinite by Two Different Methods. *Aplied Clay Science*, 42, 446-454.
- Rios, C.A, C.D. Williams, C.L. Roberts. 2009. A Comparative Study Of Two Method For The Synthesis Of Fly Ash-Based Sodium And Potassium Type Zeolites. *Fuel* 88: 1403–1416.
- Setyawan D. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam dalam

- Preparasi Katalis, *Jurnal Ilmu Dasar* Vol. 3 No. 2, FMIPA UNEJ, Jember.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis* (2th ed.), New York: John Wiley-VCH.
- Skoog, Douglas; West. 2014. *Fundamental of Analytical Chemistry 9th Edition*. USA :Brooks/Cole – Thomson Learning
- Smallman, R. E. 1991. *Metalurgi Fisik Modern* Edisi Keempat. Jakarta: Gramedia.
- Subagjo. 1993. *Zeolit: Struktur dan Sifat-sifat*. Warta Insinyur Kimia. Vol: 7 No. 3
- Treacy, M.M.J dani Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. New York : Elsevier
- Volli, Vikranth., Purkait, M. K.,. 2015. Selective Preparation Of Zeolite X And A From Flyash And Its Use As Catalyst For Biodiesel Production. *Journal of Hazardous Materials*, 297, 101- 111.
- Walujodjati, A. 2008. Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik. *Momentum*, Vol 4 No. 2, 33-37.
- West. 2014. *Fundamental of Analytical Chemistry 9th Edition*. USA :Brooks/Cole – Thomson Learning
- Win, Phyu Pyu. 2004. Preparation of Synthethic Zeolites From Myanmar Clay Mineral. *Tecnical Report*.
- Wittayakun, Jatuporn., P. Khemthong, Sanchai .P. 2007. Synthesis and Characterization of Zeolite NaY from Rice Husk Silica. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 25, 861-864.
- Yani A., Destiarti L. dan Wahyuni N., (2013), "Sintesis Zeolit A dengan Variasi Sumber Silika dan Alumina", *JKK, Universitas Tanjungpura* , 2, 1–6

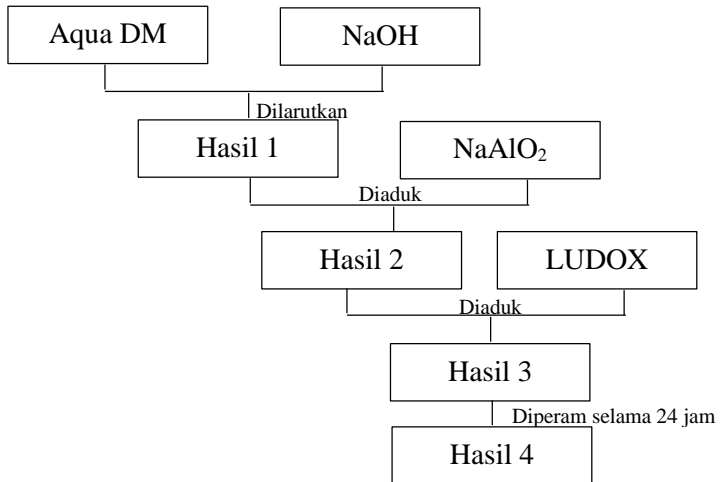
- Zhang, Xu., D. Tong, J. Zhao, Xing Yang Li. 2013. Synthesis of NaX at room temperature and Its Characterization. *Materials Letters*, 104, 80-83.
- Zhu, J., Cui, Y., Wang, Y., & Wei, F.,.2009.Direct Synthesis of Hierarchical Zeolite from A Natural Layered Material, *Chemical Communication*, page 3282-3284.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

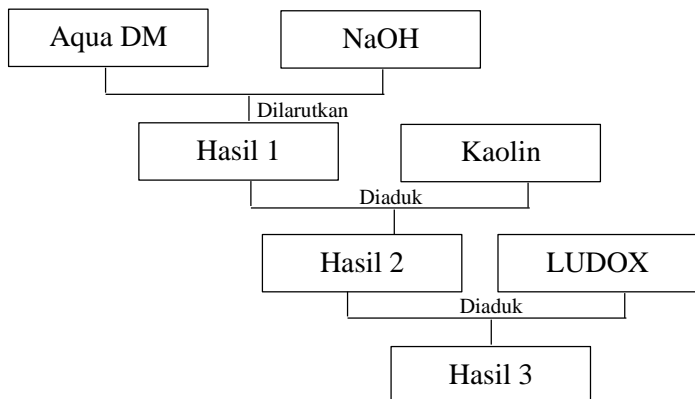
LAMPIRAN

Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit X

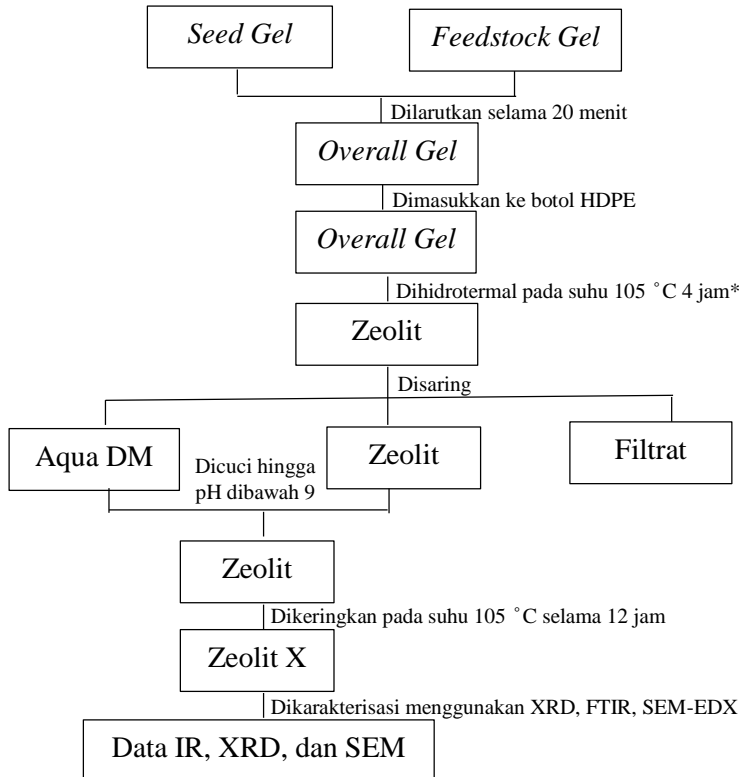
A1. Pembuatan *Seed Gel*



A2. Pembuatan *Feedstock Gel*



A3. Pembuatan *Overall Gel*



*)Dilakukan variasi waktu hidrotermal: 4,6, dan 12 jam

Lampiran B : Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y

B.1 Prosentase Komposisi Bahan

- a) NaAlO_2
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 - 56\%$, rata-rata = 53% ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Na}_2\text{O} = 40 - 45\%$, rata-rata = 42,5% ($M_r = 62 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05\%$
- b) Kaolin
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 36 \%$ ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 54,90 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
- c) LUDOX ($M_r = 60 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 30 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
 - $\text{H}_2\text{O} = 70 \%$ ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- d) Aqua DM ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- e) NaOH pellet = 99 % ($M_r = 40 \text{ g/mol}$)

B.2 Pembuatan *Seed Gel*

Komposisi molar bahan untuk pembuatan *seed gel*

$\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 10,67 : 1 : 4 : 180$

- a) 1 mol Al_2O_3
Massa NaAlO_2 yang dibutuhkan
 $\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = n \times M_r$
 $= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol}$
 $= 101,96 \text{ gram}$

Prosentase Al_2O_3 dalam NaAlO_2 adalah 53%, maka massa NaAlO_2 yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned}\text{Massa NaAlO}_2 &= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{53\%} \\ &= \frac{101,96 \text{ gram}}{53\%} \\ &= 192,38 \text{ gram}\end{aligned}$$

b) 4 mol SiO_2

Massa LUDOX yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 4 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol} \\ &= 240,36 \text{ gram}\end{aligned}$$

Prosentase SiO_2 dalam LUDOX = 30%, maka massa LUDOX yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa LUDOX} &= \frac{\text{massa SiO}_2}{34,25\%} \\ &= \frac{240,36 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 801,2 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) 180 mol H_2O

Massa H_2O yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 180 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} \\ &= 3240 \text{ gram}\end{aligned}$$

Prosentase H_2O dalam LUDOX adalah 70%

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= 70\% \times \text{massa LUDOX} \\ &= 70\% \times 801,2 \text{ gram} \\ &= 560,84 \text{ gram}\end{aligned}$$

Jadi gram H_2O yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= (3240 - 560,84) \text{ gram} \\ &= 2679,16 \text{ gram}\end{aligned}$$

d) 10,67 mol Na_2O

Massa NaOH yang diperlukan

Prosentase Na_2O dalam NaAlO_2 adalah 42,5%

$$\begin{aligned}\text{Massa Na}_2\text{O} &= 42,5\% \times \text{massa NaAlO}_2 \\ &= 42,5\% \times 192,38 \text{ gram} \\ &= 81,76 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol Na}_2\text{O} &= \frac{81,76 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}} \\ &= 1,32 \text{ mol}\end{aligned}$$

maka NaOH yang perlu ditambahkan adalah

$$\begin{aligned}\text{mol NaOH} &= (10,67 - 1,32) \text{ mol} \\ &= 9,35 \text{ mol (ditambahkan dari NaOH)}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Penambahan NaOH} &= 2 \times 9,35 \text{ mol} \\ &= 18,7 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram NaOH yang harus ditambahkan} &= 18,7 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 748 \text{ gram}\end{aligned}$$

Semua massa bahan dalam *seed gel* dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan *seed gel* adalah :

$$\begin{aligned}\text{NaAlO}_2 &= 192,38 \text{ gram} : 100 = 1,92 \text{ gram} \\ \text{LUDOX} &= 801,2 \text{ gram} : 100 = 8,01 \text{ gram} \\ \text{H}_2\text{O} &= 2679,16 \text{ gram} : 100 = 26,79 \text{ gram} \\ \text{NaOH} &= 748 \text{ gram} : 100 = \underline{7,48 \text{ gram}} + \\ \text{Massa total teoritis} &= 44,2 \text{ gram}\end{aligned}$$

Untuk membuat *overall gel*, massa *seed gel* yang ditambahkan ke dalam feedstock gel adalah 3,95 gram, sehingga komposisi molar masing-masing bahan dalam *seed gel* ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel B.1 Komposisi Molar Masing-Masing Bahan Dalam 3,95 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Bahan	Mol	Gram
Na ₂ O	0,1067	0,1067 mol x 62 gram/mol = 6,62 gram
Al ₂ O ₃	0,01	0,01 mol x 101,96 gram/mol = 1,02 gram
SiO ₂	0,04	0,04 mol x 60 gram/mol = 2,4 gram
H ₂ O	1,8	1,8 mol x 18 gram/mol = 32,4 gram

Tabel B.2 Mol Komponen Dalam 3,95 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Mol Na ₂ O	= (3,95 gram/44,2 gram) x 0,1067 mol = 0,0095 mol
Mol Al ₂ O ₃	= (3,95 gram/44,2 gram) x 0,01 mol = 0,0009 mol
Mol SiO ₂	= (3,95 gram/44,2 gram) x 0,04 mol = 0,0036 mol
Mol H ₂ O	= (3,95 gram/44,2 gram) x 1,8 mol = 0,1609 mol

B.3 Pembuatan *Feedstock Gel*

Perbandingan *feedstock gel* : *seed gel* yang harus ditambahkan untuk membentuk overall gel adalah 18 : 1.

Rasio perbandingan SiO₂ dan Al₂O₃ pada *feedstock gel* : *seed gel*

$$= (0,0648 + 0,0162) : (0,0036 + 0,0009)$$

$$= 0,081 : 0,0045$$

$$= 18 : 1$$

Tabel B.3 Rasio SiO₂ dan Al₂O₃ pada *feedstock gel* : *seed gel* Pada Variasi 1

Spesi	Mol Al ₂ O ₃	Mol SiO ₂	Mol H ₂ O	Mol Na ₂ O*
<i>Seed gel</i>	0,0009	0,0036	0,1609	0,0095
<i>Feedstock gel</i>	0,0162	0,0648	2,916	0,0697
Rasio terhadap Al ₂ O ₃	1	4	180	4,3

*) dilakukan variasi penambahan mol Na₂O: 2,3; 3,3; dan 4,3

a) Massa Al₂O₃

Massa Al₂O₃ yang diperlukan

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = n \times \text{Mr}$$

$$= 0,0162 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol}$$

$$= 1,6517 \text{ gram}$$

Prosentase Al_2O_3 dalam kaolin adalah 36%, maka massa kaolin yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa kaolin} &= \frac{\text{massa } \text{Al}_2\text{O}_3}{36\%} \\ &= \frac{1,6517 \text{ gram}}{36\%} \\ &= 4,588 \text{ gram}\end{aligned}$$

b) Massa SiO_2

Massa SiO_2 yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,0648 \text{ mol} \times 60,09 \text{ gr/mol} \\ &= 3,8938 \text{ gram}\end{aligned}$$

Prosentase SiO_2 dalam kaolin adalah 54,9%, maka massa SiO_2 dari kaolin adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{SiO}_2 \text{ dari kaolin} &= 54,9\% \times \text{massa kaolin} \\ &= 54,9\% \times 4,588 \text{ gram} \\ &= 2,5188 \text{ gram}\end{aligned}$$

Prosentase SiO_2 dalam LUDOX adalah 30%, maka massa SiO_2 yang dibutuhkan dari LUDOX yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{SiO}_2 \text{ dari LUDOX} &= (3,8938 - 2,518) \text{ gram} \\ &= 1,375 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa LUDOX yang dibutuhkan} &= \frac{1,375 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 4,5833 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) Massa H_2O

Massa H_2O yang dibutuhkan

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 2,916 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} \\ &= 52,488 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase H₂O dalam LUDOX adalah 70%

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= 70\% \times \text{massa LUDOX} \\ &= 70\% \times 4,5833 \text{ gram} \\ &= 3,2083 \text{ gram}\end{aligned}$$

Massa H₂O yang harus diambil adalah dari aqua DM

$$\begin{aligned}\text{Massa H}_2\text{O} &= (52,488 - 3,2083) \text{ gram} \\ &= 49,2797 \text{ gram}\end{aligned}$$

d) Massa NaOH*

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH} &= 2 \times \text{Na}_2\text{O} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 2 \times (0,0162 \times 4,3) \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 5,576 \text{ gram}\end{aligned}$$

Dilakukan variasi mol Na₂O= 2,3; 3,3; dan 4,3

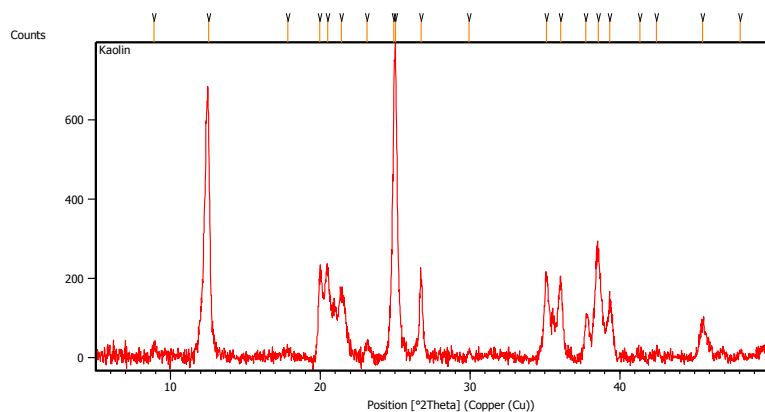
Tabel B.4 Komposisi Prekursor Pada *Feedstock Gel* 1/100 resep

Prekursor	<i>Feedstock Gel</i>		
	Massa (gram)		
	A (2,3)	B (3,3)	C (4,3)
Kaolin	4,588	4,588	4,588
LUDOX	4,5833	4,5833	4,5833
H ₂ O	49,2797	49,2797	49,2797
NaOH	2,9808	4,2768	5,576

Lampiran C : Data Karakterisasi

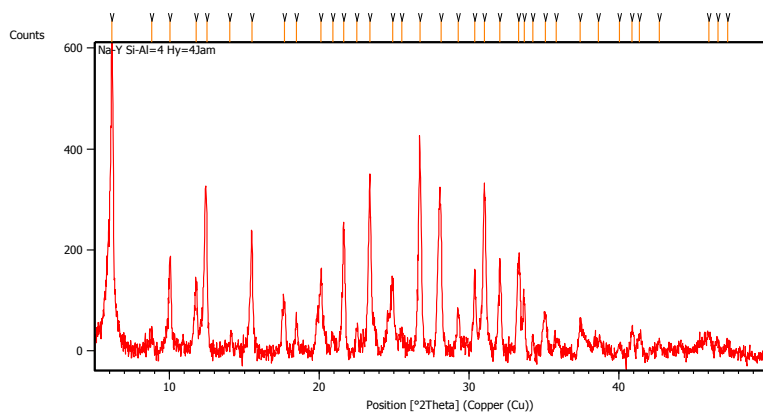
C.1 Data XRD

1. Kaolin Bangka Belitung



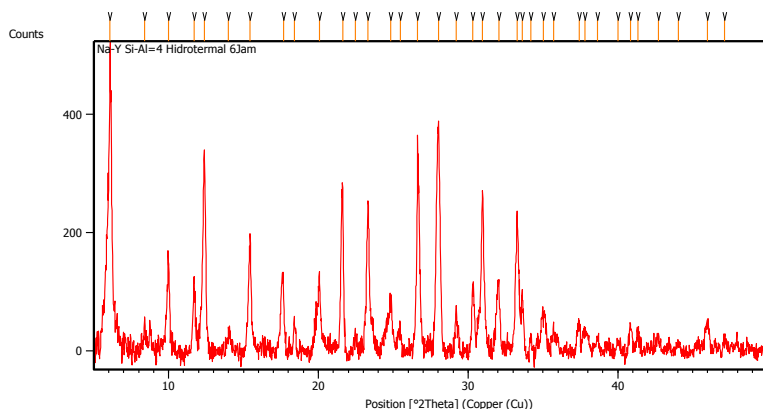
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8856	22.61	0.2676	9.95217	2.64
12.5326	637.63	0.1338	7.06311	74.48
17.8264	12.93	0.4015	4.97577	1.51
19.9465	224.03	0.1673	4.45145	26.17
20.4870	257.70	0.2342	4.33520	30.10
21.4176	220.63	0.3346	4.14889	25.77
23.1198	102.89	0.2676	3.84714	12.02
24.9225	770.84	0.0816	3.56985	90.04
25.0213	856.12	0.0669	3.55893	100.00
26.7229	226.17	0.2007	3.33604	26.42
29.9356	15.15	0.2342	2.98493	1.77
35.0877	227.61	0.2007	2.55755	26.59
36.0580	220.40	0.3346	2.49093	25.74
37.7248	121.06	0.2342	2.38462	14.14
38.5644	301.75	0.2676	2.33461	35.25
39.3448	174.87	0.1338	2.29008	20.43
41.3368	32.82	0.4015	2.18421	3.83
42.4321	19.02	0.4015	2.13033	2.22
45.5145	100.07	0.3346	1.99297	11.69
48.0595	17.17	0.4015	1.89321	2.01

2. Komposisi mol Na_2O 4,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam



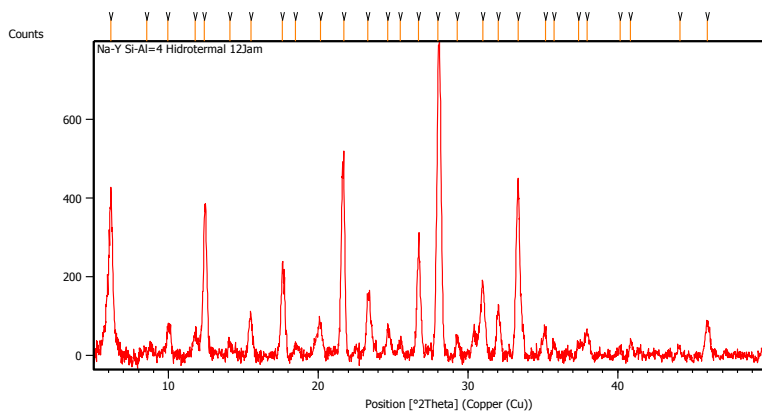
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1581	735.31	0.1338	14.35269	100.00
8.8193	94.13	0.2007	10.02687	12.80
10.0451	235.37	0.1004	8.80587	32.01
11.7938	165.99	0.1004	7.50387	22.57
12.4876	316.00	0.1840	7.08849	42.97
14.0105	44.00	0.5353	6.32123	5.98
15.4987	260.98	0.0836	5.71742	35.49
17.6862	109.75	0.2342	5.01491	14.93
18.4872	72.95	0.1673	4.79939	9.92
20.1198	187.87	0.0836	4.41348	25.55
20.9080	63.20	0.2007	4.24886	8.59
21.6455	275.66	0.1171	4.10572	37.49
22.5285	74.48	0.1338	3.94676	10.13
23.3706	374.99	0.1004	3.80642	51.00
24.9051	158.85	0.1673	3.57526	21.60
25.5016	60.24	0.2007	3.49296	8.19
26.7183	424.17	0.0836	3.33661	57.69
28.1357	285.36	0.2007	3.17165	38.81
29.2884	100.56	0.1673	3.04940	13.68
30.3925	174.10	0.1338	2.94110	23.68
31.0186	359.28	0.1673	2.88314	48.86
32.0625	216.39	0.0502	2.79162	29.43
33.3117	214.80	0.2342	2.68973	29.21
33.6868	141.82	0.1004	2.66064	19.29
34.2612	61.51	0.1338	2.61733	8.36
35.0877	100.01	0.3011	2.55755	13.60
35.8193	40.62	0.3346	2.50697	5.52
37.4438	71.61	0.1338	2.40186	9.74
38.6256	28.24	0.2676	2.33105	3.84
40.0604	14.45	0.3346	2.25081	1.97
40.8838	49.47	0.2007	2.20736	6.73
41.3927	38.77	0.2007	2.18139	5.27
42.7032	26.23	0.2007	2.11743	3.57
46.0427	37.66	0.3346	1.97133	5.12
46.6177	24.99	0.2342	1.94835	3.40
47.2853	18.47	0.2676	1.92239	2.51

3. Komposisi mol Na₂O 4,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam



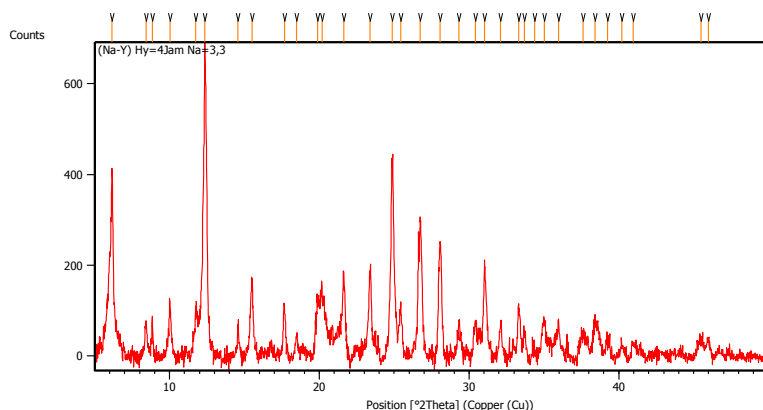
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.0933	688.95	0.0669	14.50531	100.00
8.4076	134.21	0.2007	10.51692	19.48
9.9860	217.30	0.0836	8.85785	31.54
11.7033	186.39	0.1338	7.56169	27.05
12.3975	390.10	0.2007	7.13978	56.62
14.0003	69.51	0.2676	6.32580	10.09
15.4416	236.01	0.0836	5.73845	34.26
17.6684	134.50	0.1673	5.01990	19.52
18.4128	83.87	0.1338	4.81862	12.17
20.0581	169.47	0.0669	4.42693	24.60
21.6353	320.25	0.1673	4.10763	46.48
22.4805	67.00	0.2007	3.95508	9.73
23.3195	301.56	0.1171	3.81465	43.77
24.8388	119.28	0.1338	3.58465	17.31
25.4940	71.91	0.2342	3.49400	10.44
26.6391	401.75	0.0669	3.34634	58.31
28.0375	435.21	0.1338	3.18255	63.17
29.1978	122.27	0.0836	3.05866	17.75
30.3141	156.48	0.1673	2.94852	22.71
30.9688	324.37	0.1171	2.88766	47.08
32.0472	161.73	0.1338	2.79292	23.48
33.2888	262.03	0.2007	2.69153	38.03
33.6338	135.11	0.1338	2.66471	19.61
34.1747	65.52	0.1338	2.62376	9.51
35.0247	91.76	0.2676	2.56201	13.32
35.7169	60.44	0.2007	2.51393	8.77
37.4316	66.90	0.2007	2.40261	9.71
37.7917	53.00	0.3346	2.38054	7.69
38.6580	40.97	0.2007	2.32917	5.95
40.0258	29.28	0.2676	2.25268	4.25
40.8443	59.88	0.2342	2.20940	8.69
41.3287	46.77	0.1673	2.18462	6.79
42.7024	33.90	0.2676	2.11747	4.92
44.0516	19.45	0.2676	2.05570	2.82
45.9753	53.44	0.2676	1.97406	7.76
47.1298	17.71	0.2676	1.92837	2.57

4. Komposisi mol Na₂O 4,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam



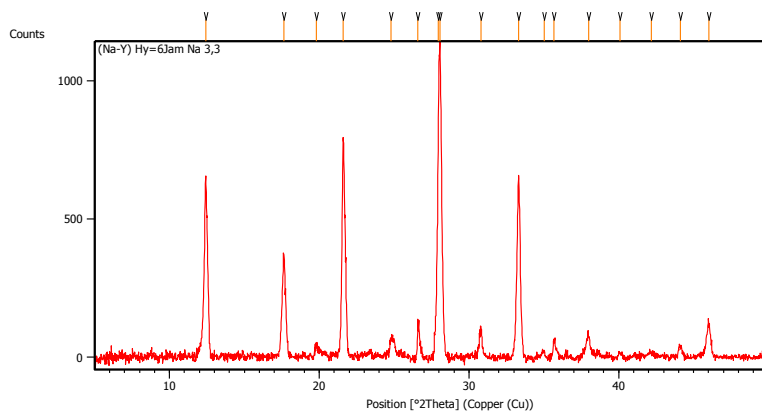
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1469	545.76	0.2007	14.37874	72.78
8.5538	88.34	0.5353	10.33756	11.78
9.9618	131.34	0.1171	8.87935	17.52
11.7636	96.22	0.2007	7.52303	12.83
12.3750	358.00	0.0836	7.15272	47.74
14.1001	63.92	0.2007	6.28126	8.52
15.5040	136.56	0.2007	5.71549	18.21
17.6101	262.35	0.0669	5.03640	34.99
18.4890	52.04	0.4015	4.79891	6.94
20.1395	98.59	0.2007	4.40921	13.15
21.7031	549.54	0.0669	4.09495	73.29
23.2949	188.24	0.2342	3.81861	25.10
24.6414	109.51	0.1338	3.61292	14.61
25.4902	62.17	0.2007	3.49451	8.29
26.7138	346.07	0.0836	3.33715	46.15
28.0012	749.84	0.1840	3.18659	100.00
29.2824	85.88	0.2007	3.05002	11.45
30.9960	233.26	0.2007	2.88520	31.11
32.0058	151.98	0.2342	2.79643	20.27
33.3568	491.83	0.0836	2.68620	65.59
35.1656	93.19	0.1673	2.55206	12.43
35.7453	59.74	0.2676	2.51200	7.97
37.3890	40.42	0.2676	2.40525	5.39
37.9482	70.01	0.2676	2.37109	9.34
40.1820	23.91	0.4684	2.24428	3.19
40.8601	41.49	0.1673	2.20858	5.53
44.1661	25.88	0.2007	2.05063	3.45
45.9803	91.22	0.1673	1.97386	12.16

5. Komposisi mol Na₂O 3,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam



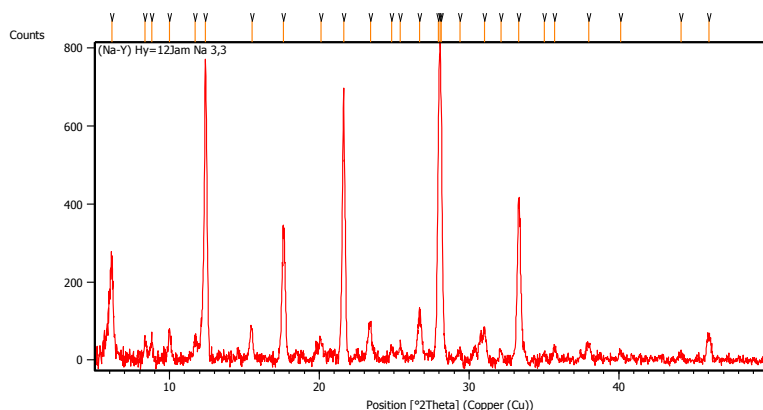
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1635	551.21	0.0836	14.34005	74.16
8.4298	164.36	0.1171	10.48931	22.11
8.8596	157.34	0.0502	9.98139	21.17
10.0203	183.77	0.0669	8.82759	24.72
11.7557	147.35	0.2007	7.52808	19.83
12.3507	743.25	0.0836	7.16673	100.00
14.5763	97.61	0.0669	6.07709	13.13
15.5007	190.39	0.0836	5.71670	25.62
17.6723	128.68	0.1338	5.01883	17.31
18.4780	61.76	0.1338	4.80175	8.31
19.8888	141.96	0.1673	4.46423	19.10
20.1958	172.31	0.2676	4.39704	23.18
21.6197	239.73	0.1004	4.11056	32.26
23.4012	252.26	0.1338	3.80152	33.94
24.8777	478.04	0.1171	3.57913	64.32
25.4472	155.31	0.2007	3.50031	20.90
26.7510	343.38	0.1171	3.33261	46.20
28.0782	293.73	0.1338	3.17802	39.52
29.3246	109.78	0.2007	3.04572	14.77
30.4387	110.43	0.1673	2.93673	14.86
31.0379	247.17	0.1004	2.88140	33.26
32.1168	104.13	0.2007	2.78702	14.01
33.3196	135.86	0.1673	2.68911	18.28
33.7128	75.32	0.1673	2.65864	10.13
34.3865	36.58	0.2342	2.60808	4.92
35.0338	94.85	0.2676	2.56136	12.76
35.9835	89.68	0.1338	2.49591	12.07
37.5990	61.25	0.4015	2.39230	8.24
38.4057	96.26	0.1673	2.34389	12.95
39.2711	43.47	0.2676	2.29421	5.85
40.2106	24.53	0.2676	2.24275	3.30
40.9616	31.36	0.2676	2.20335	4.22
45.5039	39.41	0.3346	1.99341	5.30
45.9978	38.80	0.2007	1.97315	5.22

6. Komposisi mol Na_2O 3,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam



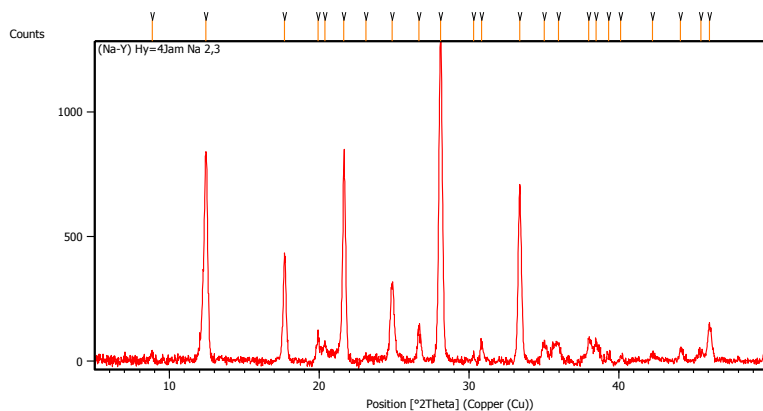
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4195	665.73	0.1171	7.12720	57.19
17.6394	374.33	0.1506	5.02810	32.16
19.8109	46.37	0.1673	4.48160	3.98
21.5881	823.27	0.1004	4.11651	70.73
24.8022	63.21	0.2007	3.58987	5.43
26.5782	134.68	0.0669	3.35388	11.57
27.9633	919.70	0.1020	3.18817	79.01
28.0654	1163.97	0.0836	3.17945	100.00
30.8022	118.83	0.1004	2.90290	10.21
33.3147	660.88	0.1171	2.68950	56.78
35.0172	40.52	0.2007	2.56254	3.48
35.6880	71.75	0.1338	2.51590	6.16
37.9986	84.14	0.2342	2.36806	7.23
40.1025	15.89	0.3346	2.24854	1.37
42.1742	13.37	0.4015	2.14276	1.15
44.1086	44.45	0.2676	2.05317	3.82
46.0231	125.38	0.3011	1.97213	10.77

7. Komposisi mol Na₂O 3,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam



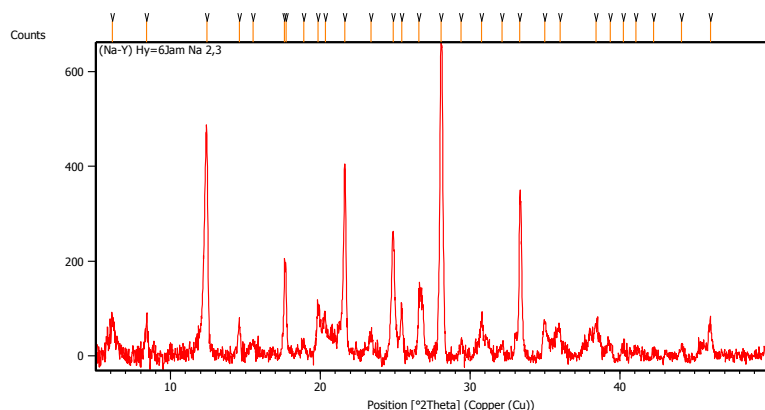
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1328	375.46	0.1004	14.41181	46.21
8.3725	101.58	0.1338	10.56100	12.50
8.8211	99.61	0.1338	10.02480	12.26
9.9935	105.68	0.1338	8.85125	13.01
11.6998	71.76	0.1673	7.56392	8.83
12.3917	789.67	0.1506	7.14313	97.20
15.5104	78.90	0.1338	5.71314	9.71
17.5851	350.54	0.0669	5.04351	43.15
20.1139	54.73	0.2676	4.41476	6.74
21.6207	663.34	0.1338	4.11038	81.65
23.4111	95.98	0.1673	3.79992	11.81
24.8303	33.21	0.2007	3.58586	4.09
25.4034	43.44	0.1673	3.50625	5.35
26.6927	118.60	0.2676	3.33975	14.60
27.9498	591.14	0.1224	3.18968	72.76
28.0655	812.42	0.0816	3.17680	100.00
28.1563	638.70	0.0836	3.16939	78.62
29.3834	36.76	0.2676	3.03975	4.53
31.0480	94.20	0.1673	2.88048	11.59
32.1227	36.09	0.2007	2.78652	4.44
33.3276	407.55	0.1338	2.68848	50.16
35.0372	30.75	0.2007	2.56112	3.79
35.7284	43.43	0.2007	2.51314	5.35
37.9812	45.69	0.2676	2.36910	5.62
40.1184	15.93	0.2676	2.24769	1.96
44.1576	17.67	0.3346	2.05101	2.17
46.0130	65.54	0.2676	1.97254	8.07

8. Komposisi mol Na_2O 2,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam



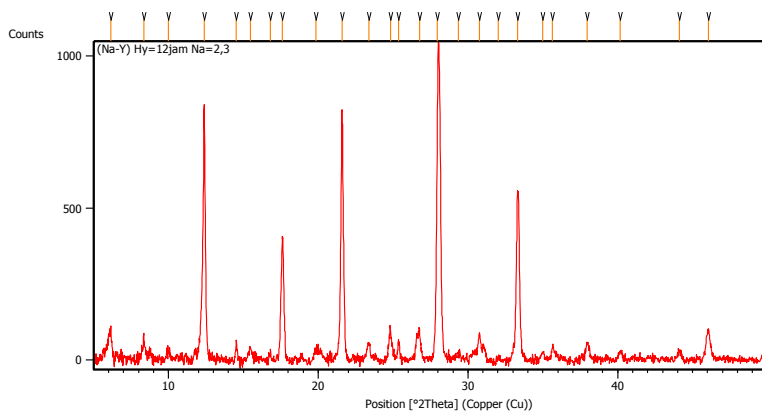
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8401	31.29	0.1673	10.00338	2.39
12.4206	840.07	0.1506	7.12658	64.25
17.6970	429.83	0.1506	5.01187	32.88
19.9343	118.45	0.1673	4.45414	9.06
20.3870	107.48	0.2007	4.35624	8.22
21.6365	813.68	0.1506	4.10741	62.23
23.1219	52.14	0.4015	3.84679	3.99
24.8686	332.91	0.2342	3.58042	25.46
26.6433	157.63	0.2342	3.34583	12.06
28.1096	1307.47	0.2342	3.17454	100.00
30.3071	44.15	0.1673	2.94919	3.38
30.8290	91.73	0.2007	2.90044	7.02
33.4027	725.70	0.1673	2.68261	55.50
35.0349	90.98	0.2676	2.56129	6.96
35.9765	90.54	0.2342	2.49638	6.93
38.0113	121.85	0.1338	2.36730	9.32
38.4820	115.54	0.1004	2.33941	8.84
39.3409	54.20	0.2676	2.29030	4.15
40.1342	35.58	0.2007	2.24684	2.72
42.2432	27.27	0.4015	2.13942	2.09
44.1357	52.05	0.1338	2.05198	3.98
45.4774	37.97	0.2676	1.99451	2.90
46.0572	154.79	0.1004	1.97075	11.84

9. Komposisi mol Na_2O 2,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1086	157.88	0.2007	14.46885	23.26
8.4144	114.85	0.0502	10.50844	16.92
12.4289	452.91	0.2175	7.12180	66.72
14.6162	61.04	0.1338	6.06059	8.99
15.5274	25.10	0.4015	5.70691	3.70
17.6130	205.90	0.0502	5.03559	30.33
17.7038	182.90	0.0502	5.00996	26.94
18.8862	21.44	0.2007	4.69889	3.16
19.8376	114.34	0.1673	4.47564	16.84
20.3249	101.91	0.1673	4.36941	15.01
21.6522	429.53	0.1171	4.10447	63.27
23.3764	76.51	0.2007	3.80549	11.27
24.8603	295.89	0.1004	3.58160	43.59
25.4371	138.06	0.1171	3.50168	20.34
26.6002	148.86	0.1338	3.35115	21.93
28.0541	678.85	0.1840	3.18070	100.00
29.4129	54.30	0.2007	3.03678	8.00
30.7778	97.72	0.1673	2.90514	14.40
32.1386	36.84	0.2007	2.78518	5.43
33.3140	300.05	0.1171	2.68955	44.20
34.9906	86.61	0.2007	2.56442	12.76
36.0078	67.87	0.1673	2.49428	10.00
38.4292	83.62	0.2676	2.34251	12.32
39.3620	31.97	0.3346	2.28912	4.71
40.2310	21.97	0.2007	2.24166	3.24
41.0894	16.74	0.4015	2.19679	2.47
42.2606	14.68	0.2676	2.13858	2.16
44.1329	18.59	0.2676	2.05210	2.74
46.0552	82.53	0.1673	1.97083	12.16

10. Komposisi mol Na₂O 2,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam

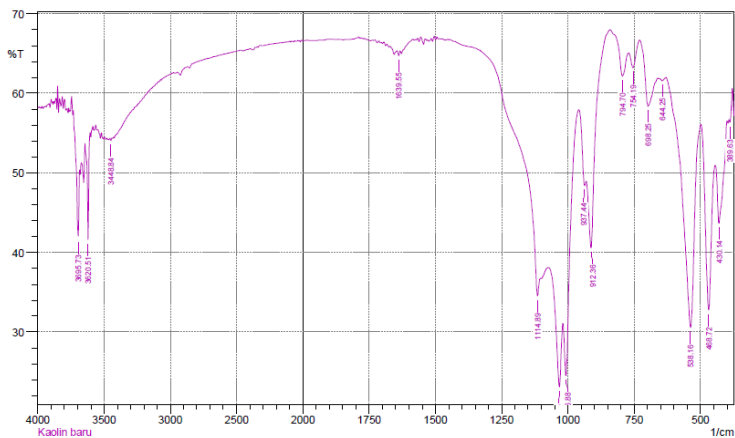


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1499	244.86	0.2007	14.37192	27.33
8.3687	152.79	0.1338	10.56572	17.06
9.9764	87.24	0.2676	8.86640	9.74
12.3873	894.23	0.1171	7.14566	99.82
14.5373	90.53	0.1338	6.09333	10.11
15.4683	70.15	0.2007	5.72861	7.83
16.7897	51.96	0.2007	5.28060	5.80
17.6205	434.55	0.2175	5.03344	48.51
19.8497	71.69	0.3346	4.47291	8.00
21.5967	842.14	0.1338	4.11489	94.01
23.3937	83.46	0.2007	3.80272	9.32
24.8136	145.48	0.1171	3.58824	16.24
25.3786	93.33	0.1338	3.50962	10.42
26.7547	127.75	0.1004	3.33214	14.26
27.9667	895.80	0.2175	3.19043	100.00
29.3633	39.27	0.4015	3.04179	4.38
30.7599	110.51	0.1673	2.90680	12.34
32.0239	33.22	0.2007	2.79489	3.71
33.3175	581.05	0.2007	2.68928	64.86
34.9798	43.35	0.2676	2.56519	4.84
35.6538	62.40	0.1004	2.51823	6.97
37.9618	71.84	0.1338	2.37027	8.02
40.1840	21.42	0.2007	2.24417	2.39
44.1394	29.81	0.2676	2.05181	3.33
46.0790	98.96	0.2342	1.96986	11.05

C.2 Data FTIR

1. Kaolin Bangka Belitung

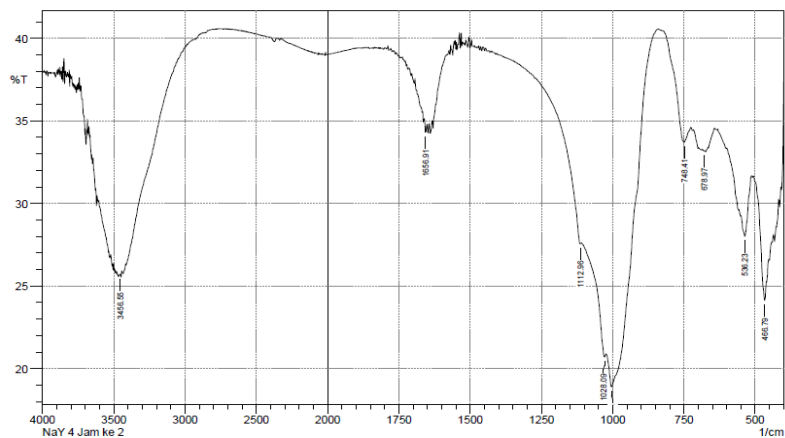
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	389.63	56.305	1.534	393.49	379.99	3.231	0.102
2	430.14	43.639	9.237	445.57	401.21	13.984	1.99
3	468.72	32.741	20.385	499.58	445.57	19.281	4.58
4	538.16	30.545	27.271	630.74	499.58	41.833	11.701
5	644.25	61.578	0.337	653.89	630.74	4.844	0.026
6	698.25	58.384	6.114	729.12	661.61	14.23	1.259
7	754.19	63.203	2.526	771.55	729.12	8.009	0.316
8	794.7	62.187	3.857	840.99	771.55	12.864	0.568
9	912.36	40.616	12.407	931.65	840.99	22.498	0.853
10	937.44	48.375	2.52	958.65	931.65	7.561	0.174
11	1006.88	24.523	11.881	1018.45	960.58	22.539	2.131
12	1031.95	23.086	9.56	1072.46	1020.38	26.63	2.507
13	1114.89	34.531	3.27	1427.37	1103.32	77.627	-21.536
14	1639.55	64.736	0.584	1645.33	1633.76	2.162	0.021
15	3448.84	54.037	0.346	3456.55	3441.12	4.101	0.019
16	3620.51	41.572	12.352	3637.87	3607.01	9.462	1.139
17	3695.73	41.791	10.383	3732.38	3684.16	14.696	1.787

2. Komposisi mol Na_2O 4,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam

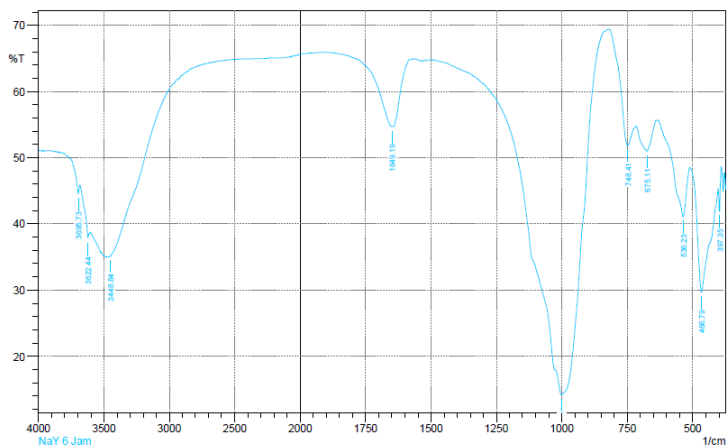
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	466.79	24.12	3.787	505.37	453.29	29.17	1.163
2	536.23	28.004	4.114	597.95	513.08	43.933	2.461
3	678.97	33.182	0.031	684.75	677.04	3.694	0.003
4	748.41	33.703	2.302	821.7	725.26	42.142	0.962
5	1004.95	18.895	3.872	1022.31	840.99	100.854	5.608
6	1028.09	20.702	0.483	1109.11	1024.24	51.338	0.094
7	1112.96	27.55	0.291	1269.2	1109.11	75.063	-3.713
8	1656.91	34.297	0.711	1660.77	1651.12	4.444	0.043
9	3456.55	25.669	0.048	3460.41	3452.7	4.554	0.003

3. Komposisi mol Na₂O 4,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam

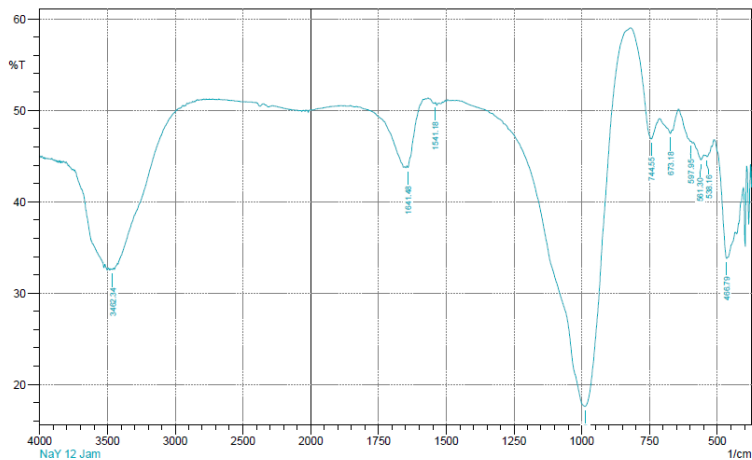
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	41.883	5.16	403.14	391.56	4.063	0.27
2	466.79	29.608	17.409	509.22	405.06	43.645	9.124
3	536.23	41.087	8.893	632.67	511.15	38.561	4
4	675.11	50.939	4.289	715.61	638.46	21.397	1.487
5	748.41	51.856	6.536	819.77	723.33	21.894	1.545
6	1001.09	14.156	54.015	1492.95	821.7	236.306	119.813
7	1649.19	54.647	0.291	1855.58	1645.33	43.328	-3.332
8	3448.84	35.11	0.226	3452.7	2941.54	160.794	-8.727
9	3622.44	37.689	2.748	3684.16	3603.15	30.936	0.543
10	3695.73	44.44	1.88	3807.61	3684.16	38.716	-0.398

4. Komposisi mol Na₂O 4,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam

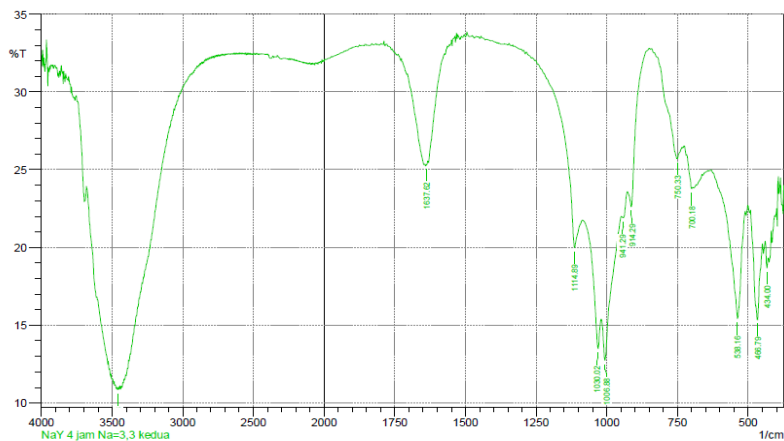
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	466.79	33.808	7.161	511.15	434	31.957	2.423
2	538.16	44.937	0.322	542.02	520.8	7.291	0.051
3	561.3	44.589	0.92	588.31	549.73	13.246	0.155
4	597.95	46.592	0.152	644.25	596.02	15.322	0.095
5	673.18	47.453	0.551	713.69	667.39	14.66	0.097
6	744.55	46.868	5.109	819.77	713.69	30.2	1.66
7	987.59	17.618	37.63	1284.63	821.7	208.872	83.228
8	1541.18	50.771	0.047	1543.1	1539.25	1.135	0.001
9	1641.48	43.737	0.602	1645.33	1575.89	22.034	-0.443
10	3462.34	32.591	0.072	3466.2	3456.55	4.69	0.004

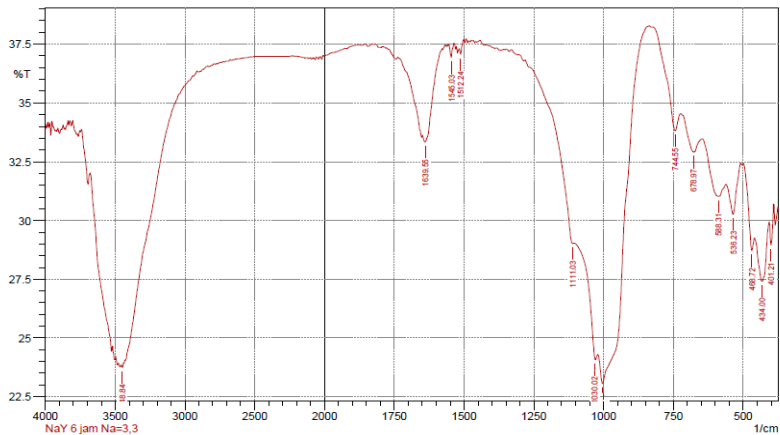
5. Komposisi mol Na_2O 3,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	434	18.659	1.211	439.78	428.21	8.271	0.147
2	466.79	15.35	5.78	491.86	449.43	31.445	2.902
3	538.16	15.424	7.522	621.1	511.15	75.593	6.46
4	700.18	23.766	0.485	717.54	696.33	12.894	0.081
5	750.33	25.716	1.742	840.99	732.97	58.016	0.654
6	914.29	22.623	2.575	927.79	850.64	42.243	-0.63
7	941.29	21.909	0.663	949.01	927.79	13.786	0.153
8	1006.88	12.722	3.73	1018.45	949.01	53.017	2.099
9	1030.02	13.48	2.855	1085.96	1020.38	48.815	1.086
10	1114.89	20.002	3.441	1251.84	1087.89	93.136	1.265
11	1637.62	25.3	0.095	1639.55	1633.76	3.447	0.006
12	3458.48	10.851	0.169	3466.2	3454.62	11.132	0.046

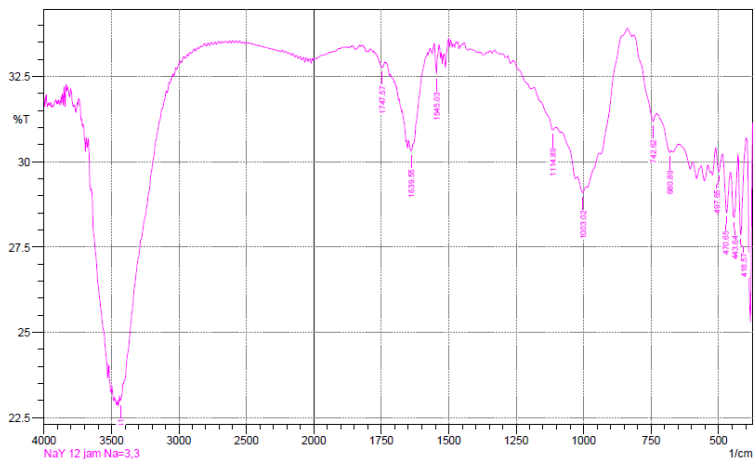
6. Komposisi mol Na₂O 3,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	28.956	1.093	405.06	391.56	7.151	0.15
2	434	27.424	2.165	459.07	406.99	28.5	0.974
3	468.72	28.711	1.165	499.58	461	19.992	0.243
4	536.23	30.268	1.71	561.3	511.15	25.41	0.588
5	588.31	31.022	1.128	646.17	561.3	42.194	0.754
6	678.97	32.914	0.069	725.26	677.04	22.744	-0.022
7	744.55	33.818	1.449	823.63	725.26	43.703	0.46
8	1003.02	23.07	2.556	1020.38	837.13	97.144	4.238
9	1030.02	24.079	0.655	1105.25	1022.31	47.004	0.118
10	1111.03	29.022	0.186	1280.78	1107.18	81.555	0.035
11	1512.24	37.055	0.359	1516.1	1500.67	6.594	0.024
12	1545.03	36.919	0.611	1554.68	1537.32	7.447	0.057
13	1639.55	33.334	0.794	1649.19	1577.82	32.386	0.219
14	3448.84	23.75	0.15	3456.55	3439.19	10.815	0.025

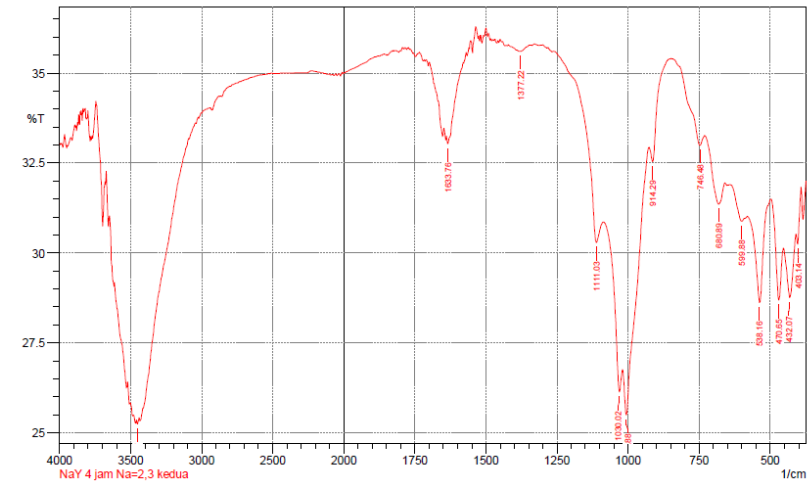
7. Komposisi mol Na₂O 3,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	27.849	2.538	428.21	399.28	15.465	0.53
2	443.64	28.357	1.567	455.22	428.21	14.481	0.345
3	470.65	28.503	1.46	486.08	455.22	16.454	0.3
4	497.65	29.706	0.615	511.15	486.08	13.117	0.124
5	680.89	30.268	0.139	729.12	677.04	26.582	0.028
6	742.62	31.185	0.547	813.99	731.05	40.723	0.284
7	1003.02	29.095	0.281	1024.24	989.52	18.525	0.07
8	1114.89	30.927	0.268	1184.33	1101.39	41.622	0.108
9	1545.03	32.566	0.884	1554.68	1535.39	9.264	0.09
10	1639.55	30.309	0.596	1647.26	1579.75	33.714	0.254
11	1747.57	32.76	0.237	1770.71	1737.92	15.819	0.051
12	3433.41	22.975	0.117	3441.12	3429.55	7.38	0.016

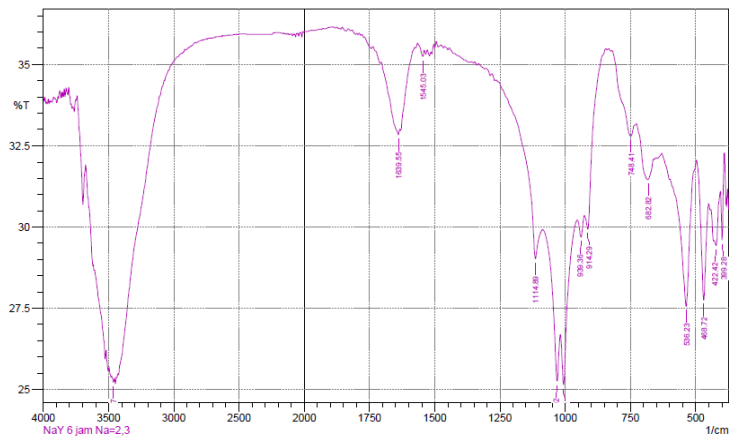
8. Komposisi mol Na₂O 2,3 dengan waktu hidrotermal 4 jam



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	403.14	30.243	0.715	408.92	393.49	7.895	0.082
2	432.07	28.751	1.561	453.29	410.85	22.513	0.519
3	470.65	28.678	1.948	495.72	455.22	21.257	0.512
4	538.16	28.627	2.625	578.66	497.65	42	1.083
5	599.88	30.877	0.237	636.53	592.17	22.391	0.082
6	680.89	31.357	0.975	731.05	659.68	35.214	0.466
7	746.48	32.988	0.55	848.71	731.05	54.749	0.09
8	914.29	32.531	0.772	925.86	848.71	35.841	-0.166
9	1006.88	25.485	2.031	1018.45	927.79	48.888	1.163
10	1030.02	26.131	1.226	1085.96	1020.38	35.517	0.274
11	1111.03	30.284	1.209	1261.49	1087.89	82.202	0.356
12	1377.22	35.6	0.012	1379.15	1344.43	15.535	-0.001
13	1633.76	33.03	0.421	1639.55	1579.75	27.915	0.098
14	3450.77	25.243	0.142	3458.48	3439.19	11.506	0.023

9. Komposisi mol Na_2O 2,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam

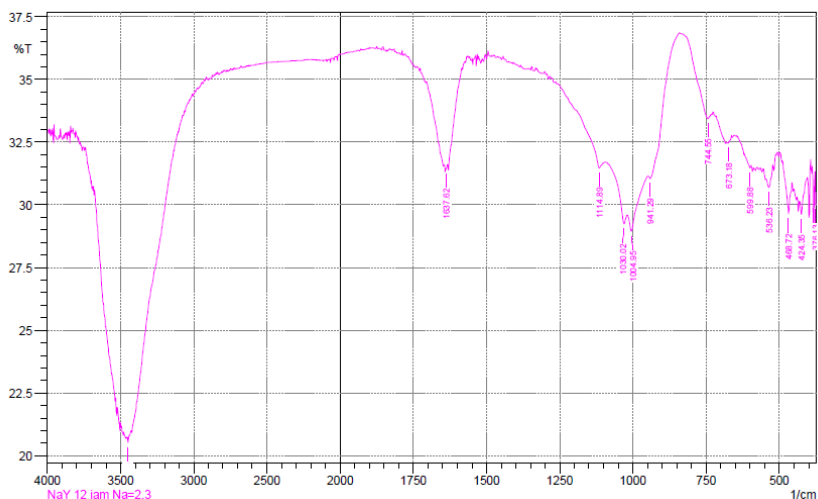
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	29.596	2.007	405.06	391.56	6.921	0.196
2	422.42	29.425	0.652	430.14	406.99	12.081	0.104
3	468.72	27.75	3.471	495.72	451.36	23.348	0.985
4	536.23	27.565	4.273	597.95	497.65	52.244	2.3
5	682.82	31.456	0.994	727.19	661.61	32.422	0.53
6	748.41	32.807	0.682	821.7	734.9	40.834	0.456
7	914.29	29.936	1.166	925.86	846.78	37.919	0.227
8	939.36	29.681	0.599	952.87	927.79	13.12	0.11
9	1006.88	25.131	2.194	1018.45	954.8	35.183	0.554
10	1030.02	25.249	1.895	1085.96	1020.38	36.361	0.485
11	1114.89	29.011	1.608	1265.35	1087.89	87.008	0.46
12	1545.03	35.247	0.235	1566.25	1539.25	12.161	0.031
13	1639.55	32.832	0.349	1705.13	1633.76	33.616	0.206
14	3464.27	25.223	0.153	3475.84	3454.62	12.665	0.029

10. Komposisi mol Na_2O 2,3 dengan waktu hidrotermal 12 jam

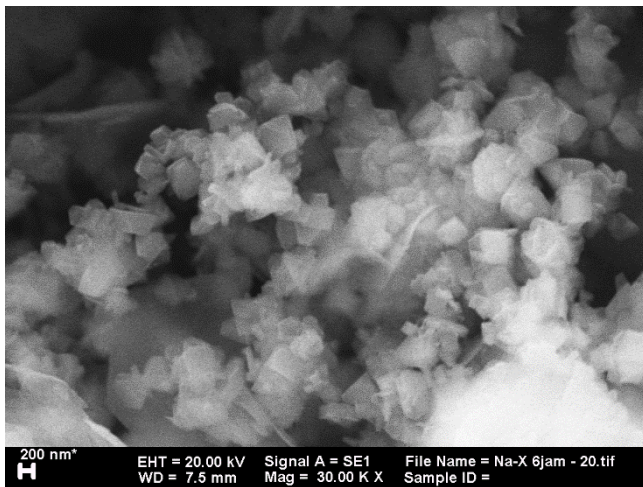
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	376.13	30	0.665	378.06	374.2	2.017	0.018
2	424.35	29.601	0.748	430.14	405.06	12.968	0.091
3	468.72	29.642	1.55	488.01	457.14	15.9	0.316
4	536.23	30.705	0.565	545.87	522.73	11.787	0.116
5	599.88	31.47	0.193	619.17	596.02	11.548	0.033
6	673.18	32.476	0.054	675.11	663.53	5.638	0.009
7	744.55	33.438	0.547	831.35	732.97	44.761	0.126
8	941.29	31.061	0.496	949.01	840.99	50.69	-0.08
9	1004.95	28.942	0.944	1018.45	949.01	36.227	0.3
10	1030.02	29.239	0.632	1093.67	1020.38	37.627	0.117
11	1114.89	31.47	0.607	1257.63	1095.6	77.52	0.006
12	1637.62	31.435	0.069	1639.55	1633.76	2.904	0.004
13	3448.84	20.512	0.262	3454.62	3444.98	6.605	0.021

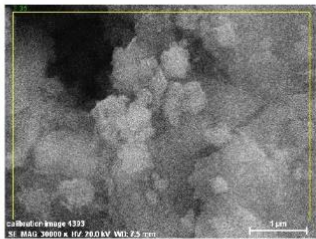
C.3 Data SEM

1. Komposisi mol Na_2O 4,3 dengan waktu hidrotermal 6 jam

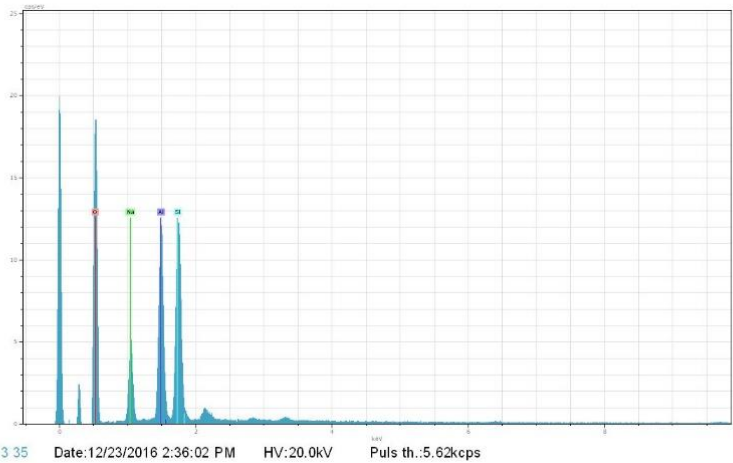


C.4 Data EDX

Na-X 6 jam



calibration image 4393 Date: 12/23/2016 2:35:30 PM Image size: 512 x 384 Mag: 30000x HV: 20.0kV



3 35 Date: 12/23/2016 2:36:02 PM HV: 20.0kV Puls th.: 5.62keps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	49.79	59.71	70.95	6.0
Si	14	K-series	13.09	15.69	10.62	0.6
Al	13	K-series	13.02	15.61	11.00	0.7
Na	11	K-series	7.50	8.99	7.43	0.5
Total:			83.38	100.00	100.00	

12/23/2016

10. Page

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Leli Endah Safitri dan biasa dipanggil Leli. Penulis dilahirkan di Blitar, 25 Oktober 1994, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di TK Al-Hidayah (2000-2001), SDIT Ibadurrahman Srengat (2001-2007), MTsN Karangsari Blitar (2007-2010) dan SMAN 1 Blitar (2010-2013). Setelah lulus dari SMAN 1 Blitar, penulis mengikuti SNMPTN dan diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya pada tahun 2014 serta terdaftar dengan NRP. 1413 100 054. Di Jurusan Kimia ini, Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Selama kuliah, penulis pernah aktif dalam organisasi kemahasiswaan yaitu Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) sebagai staff Kaderisasi Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (2014-2015) dan Sekretaris Departemen dalam Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (2015-2016). Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di laboratorium Uji Kimia PT. Petrokimia Gresik selama 1 bulan. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi para pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang ilmu Kimia. Penulis dapat dihubungi melalui *email* leliendahs@gmail.com